Technische Kunstgriffe bei physikalischen Untersuchungen

von

Dr. Ernst von Angerer

a. o. Professor an der Technischen Hochschule in München

FREDERICK UNGAR PUBLISHING CO.

NEW YORK

Aus dem Vorwort zur 1. Auflage (1924)

Der angehende Physiker pflegt in den beiden ersten Semestern ein Kolleg über Experimentalphysik zu hören, in dem ihm eine lange Reihe schwieriger Versuche mit eleganter Selbstverständlichkeit vorgeführt wird; dann arbeitet er wohl im „Physikalischen Praktikum“, lernt die Handhabung von Apparaten, lernt messen und beobachten, und fühlt sich schon als „Mann von vielen Graden“. Wenn er sich mehr für die experimentelle Seite der Physik interessiert, wird er nun das Praktikum für Fortgeschrittene belegen, er erhält ein Thema für eine kleine Experimentaluntersuchung, studiert die einschlägige Literatur, überlegt sich eine großartige Versuchsanordnung, die lauter Vorzüge und keine Nachteile besitzt — und häufig glaubt er, daß in einem gut eingerichteten Institut solch ein Aufbau mit seinen Pumpen, Glasröhren, Blechkästen, Spiegeln und Drähten, wie er ihn braucht, wohl fertig bereit stehen sollte, oder daß ihm wenigstens der Institutsdiener in ein paar freien Stunden alles aufbauen werde, so daß er in wenigen Tagen mit seinen Messungen werde beginnen können. Das trifft nun leider kaum in seltenen Ausnahmefällen zu: In der Regel wird er selbst erst die Pumpe reinigen und füllen, die Rohre biegen, die Schliffe fetten, die Kästen löten, die Spiegel versilbern müssen. Und das ist gut so, denn während des Aufbaues kommen ihm eine Reihe von Einfällen für kleine Verbesserungen; außerdem kann nur der auf einem so komplizierten Instrument als Virtuose spielen, der es selbst von Grund auf gebaut hat.

Der Anfänger aber, dem alle hier nötigen Fertigkeiten mangeln, weiß weder aus noch ein. „Eng beieinander wohnen die Gedanken — doch hart im Raume stoßen sich die Sachen.“ Ich weiß

manchen, der verzweifelte und umsattelte, viele, die Assistenten und Mechaniker bis aufs Blut peinigten (sit venia verbo!) — alle aber verlieren viel kostbare Zeit.

An diese jungen Physiker richtet sich das vorliegende Buch in erster Linie. Doch gebe ich mich der Hoffnung hin, daß auch der fertige Experimentalphysiker hier und da ein Rezept, einen „Kniff" in demselben findet, der seine Untersuchung erleichtert. Es kommt ja nicht selten in unserer Wissenschaft vor, daß unter vielen Bewerbern der das umstrittene Ziel erreicht, der mit dem höchsten Vakuum oder den feinsten Thermoelementen, den empfindlichsten Platten oder den dünnsten Quarzfäden zu arbeiten versteht. Vielfach findet man ja auch in ernsten Forschungsarbeiten derartige technische Kunstgriffe mit großer Ausführlichkeit angegeben.

E. v. Angerer

Inhalt

Seite

Seite

Seite

I. Einige Werkstoffe von physikalischer Bedeutung

Vorbemerkung. Wesentlich ausführlicher, als es hier geschehen konnte, sind die Eigenschaften der für Vakuumröhren in Betracht kommenden Werkstoffe in dem Werk von W. Espe und M. Knoll, „Werkstoffkunde der Hochvakuumtechnik" (Berlin 1936) dargestellt. Im folgenden wird auf dieses Buch wiederholt unter dem Stichwort „*Espe-Knoll*" verwiesen.

1. Metalle (alphabetisch geordnet) und Legierungen

a) Alkalimetalle. In der nachstehenden Tabelle sind die Alkalimetalle nach steigendem spezifischem Gewicht s und abnehmendem Schmelzpunkt t (Grad C) geordnet. λ bedeutet die Wellenlänge (in Å), bei der das Maximum des selektiven lichtelektrischen Effektes liegt [1]), V_A die Anregungs- und V_J die Ionisierungsspannung [2]).

Metall	Symbol	s	t	λ	V_A	V_J
Lithium	Li	0,53	180	2800	1,84	5,37
Natrium	Na	0,97	98	3180	2,09	5,12
Kalium	K	0,86	63	4360	1,61	4,32
Rubidium	Rb	1,52	39	4800	1,55	4,16
Caesium	Cs	1,88	27	5100	1,38	3,88

Die Reihenfolge in der Tabelle bezieht sich auch auf die Gefährlichkeit der Metalle: Während Li verhältnismäßig harmlos ist, entzündet sich Cs sofort bei Berührung mit Luft. Aber auch schon beim Arbeiten mit Na und K soll man nie die Möglichkeit außer acht lassen, daß das Metall plötzlich zu brennen anfängt (Sandkiste!).

Alle Alkalimetalle verbinden sich bei genügend hohen Temperaturen unter Bildung von Nitriden mit Stickstoff. Lithium „brennt"

---

[1]) Nach Groß, F., ZS. f. Phys. 7, 316, 1921.

[2]) Joos, G., Wiensches Handb. d. Experimentalphys., Bd. 22.

z. B. in einer Stickstoffatmosphäre weiter, wenn es darin zum Glühen erhitzt wurde.

Die Alkalimetalle werden in Gläsern oder verlöteten Blechdosen mit Petroleum überschichtet bezogen; Rb und Cs werden aber zweckmäßig erst in der evakuierten Apparatur aus ihren Salzen reduziert.

Zur Einführung des Metalls in ein Entladungsrohr kommen die folgenden Methoden in Betracht: α) Das Eingießen des geschmolzenen Metalls: Na, K, (Rb). β) Das Eindestillieren: (Li), Na, K, (Rb). γ) Die obenerwähnte Reduktion aus dem Salz: (Na), K, Rb, Cs. δ) Die Elektrolyse durch die Glaswand hindurch: Na (K).

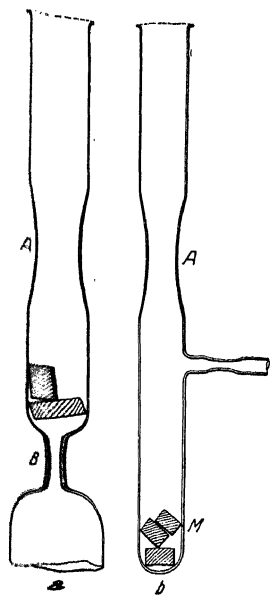



Abb. 1. Einführung von Alkalimetallen in Vakuumapparate

Li, das in der Verarbeitung dem Blei ähnelt (abgesehen von seinem geringen spezifischen Gewicht) nimmt eine Sonderstellung ein: Bei Zimmertemperatur hält sich ein Stück Metall mehrere Stunden an der Luft, ohne ganz oxydiert zu sein, aber bei seinem verhältnismäßig hoch liegenden Schmelzpunkt ist es so aktiv, daß es Glas- und Quarzgefäße unter Aufglühen zerstört, mit Kohle unter Feuererscheinung ein Carbid und mit Platin eine brüchige graue Legierung bildet.

α) Eingießen des Metalls: Na, K. Ein Stückchen Metall wird flüchtig in zweimal gewechseltem Petroläther [oder Benzin oder Xylol[1])] gebadet, um das anhaftende Petroleum einigermaßen zu entfernen, auf einer Filtrierpapierunterlage rasch die Oxydkruste mit dem

---

[1]) Petroläther, Benzin, Benzol, Xylol sind etwas hygroskopisch. Durch die Reaktion des Metalls mit dem gelösten Wasser kann es sich so erhitzen, daß sich der Dampf des Reinigungsmittels entzündet. Deshalb soll dieses vorher getrocknet werden, am besten mit „geschmolzenem Chlorcalcium in Stangen". Mit Chloroform oder Tetrachlorkohlenstoff darf nicht gereinigt werden, da dieses mit dem Alkalimetall eine höchst explosible Verbindung bildet.

Messer entfernt und das Metall sofort in das dünnwandige, mindestens 20 cm lange Rohr Abb. 1a geworfen. Man schmilzt sogleich bei *A* ab und evakuiert. Hierauf erwärmt man das Metall vorsichtig mit der flatternden Flamme, bis es plötzlich silberglänzend und unter Zurücklassung einer dicken Oxydhaut durch das Röhrchen *B* in die Apparatur fließt. Hierauf wird das Rohr durch Abschmelzen bei *B* von der Apparatur getrennt.

Das Metall enthält jedoch große Mengen von Wasserstoff, Natrium das 237fache, Kalium das 126fache seines Volumens. Um es hiervon einigermaßen zu befreien, wirft man es (nach Entfernung der Oxydkruste wie oben) in ein Rohr Abb. 1b, schmilzt wieder bei *A* ab, evakuiert und erhitzt *M* unter beständigem Pumpen etwa ½ Stunde auf 150 bis 250° (am besten in einem kleinen elektrischen Ofen). Nach dem völligen Erkalten sprengt man das Rohr dicht über *M* ab, zertrümmert das Glas mit einem Hammerschlag (es haftet fest an dem Metall und wird nicht entfernt) und wirft das Stück *M* in ein Rohr von der Form der Abb. 1a. Weiter verfährt man wie oben angegeben.

β) Am sichersten entfernt man den gebundenen Wasserstoff durch mehrfache Destillation. Die schwereren Alkalimetalle destillieren im Hochvakuum leicht selbst durch enge Abschmelzstellen hindurch. — Wenn man für eine längere Arbeit öfter kleine Mengen sauberes Alkalimetall (K, Rb) benötigt, läßt man (im Hochvakuum) das geschmolzene Kondensat in dünne Glasröhrchen von 3 bis 4 mm lichter Weite und etwa 20 cm Länge laufen. Nach der Füllung sprengt man die Röhrchen ab und verschließt das offene Ende durch Paraffin oder Picein. Das Metall hält sich so monatelang. Bei Bedarf schneidet man ein Stückchen Rohr ab und bringt es in die Apparatur [1]).

γ) K, Rb, Cs werden am besten erst in der evakuierten Apparatur aus den Chloriden reduziert [2]). Man mischt 1 g „Calciummetall, geraspelt" mit 3,7 g Kaliumchlorid bzw. 6,0 g Rubidiumchlorid bzw. 9,0 g Caesiumchlorid, füllt die Mischung in ein am einen Ende geschlossenes Eisenrohr *P* (Abb. 2a), schiebt dieses in das ge-

---

[1]) Genaue Beschreibung verschiedener Destillationsverfahren bei Simon, H. und Suhrmann, R., „Lichtelektrische Zellen und ihre Anwendung", S. 66—70. Berlin 1932; auch bei *Espe-Knoll.*

[2]) McLennan, J. C. und Ainslie, D. S., Proc. Roy. Soc. London (A) **103**, 304, 1923.

zeichnete Rohr aus schwer schmelzbarem Glas und schmilzt das (linke) Ende des Rohres ab. Nach dem Evakuieren erhitzt man *P* auf Rotglut. Das Chlorid wird langsam reduziert, das Alkalimetall destilliert bis zu dem Knie *K* und kondensiert sich dort zu großen Tropfen. Mit den oben angegebenen Mengen erhält man bei völliger Ausnützung 1,7 g Kalium bzw. 4 g Rubidium bzw. 6,5 g Caesium. Hat sich in der knieförmigen Biegung eine hinreichende Menge Metall kondensiert, so erwärmt man das Glasrohr, das Metall schmilzt und läuft durch den vorher etwas angewärmten, mit

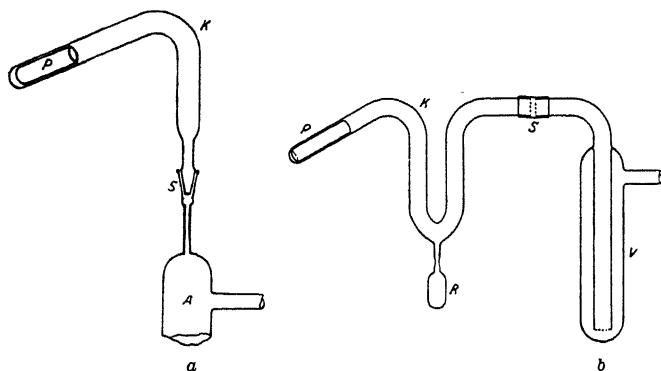



Abb. 2a und 2b. Darstellung von Alkalimetallen aus den Chloriden

einem Vakuumkitt gedichteten Schliff *S* in die Apparatur *A* (aus gewöhnlichem Glas).

Statt des Schliffes kann man auch ein Fläschchen *R* anbringen (Abb. 2b), das nach der Füllung abgeschmolzen wird. Dieses wirft man später (mit der geöffneten Spitze nach unten) in ein Ansatzrohr wie Abb. 1a. Damit sich das Metall beim Öffnen nicht entzündet, kühlt man es vorher mit fester CO_2 (in einem Becherglase) und bricht die Spitze in der CO_2-Atmosphäre ab. In Abb. 2b ist noch ein Teil der Vakuumleitung gezeichnet: *S* bedeutet eine Kittstelle, bei der die Leitung aus schwer schmelzbarem Glas endet, *V* eine „Ausfriertasche“ (vgl. S. 80).

An Stelle von Calcium, das an der Luft nicht allzulange haltbar ist, verwenden de Boer, Broos und Emmens [1]) Zirkon. Die Ver-

---

[1]) de Boer, J. H., Broos, J. und Emmens, H., ZS. f. anorg. u. allgem. Chem. **191**, **113**, **1930**.

fasser empfehlen z. B. 10 Teile Zirkonpulver + 1 Teil Rubidiumbichromat (370°) bzw. 10 Teile Zirkonpulver + 1 Teil Caesiumbichromat (380°).

δ) Zur elektrolytischen Einführung des Alkalimetalls[1]) verwendet man die in Abb. 3 skizzierte Apparatur. Der evakuierte Kolben *K* aus möglichst bleifreiem Natronglas enthält eine Glühkathode *G*. Er taucht in eine auf 270 bis 350° erhitzte, geschmolzene Mischung aus gleichen Teilen Natriumnitrat und Natriumnitrit. *B* ist eine Spannungsquelle von 100 bis 300 Volt, deren —-Pol über einen Sicherheitswiderstand von einigen tausend Ohm mit dem Heizdraht, deren +-Pol mit dem (eisernen) Tiegel verbunden ist. Die Na-Ionen wandern aus der Schmelze durch das Glas und werden

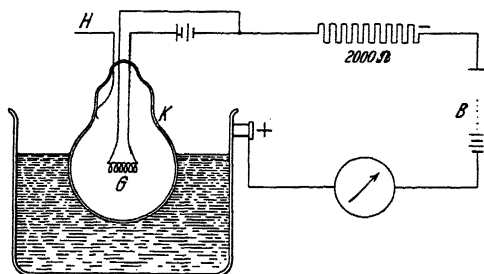



Abb. 3. Elektrolytische Einführung von Natrium

durch die von der Kathode emittierten Elektronen neutralisiert. Bei 10^{-4} Amp. erhält man nach 1 bis 2 Stunden einen glänzenden Na-Spiegel an den kühlsten Teilen des Kolbens, der mit der Hilfselektrode *H* Kontakt macht. Loebe und Ledig (l. c.) verwendeten eine leuchtende Entladung in Edelgas (also keine Glühkathode) und 40 mA.

Der Versuch, statt Natrium ein anderes Alkalimetall, etwa Kalium, dadurch einzuführen, daß man Kaliumnitrat statt Natriumnitrat verwendet, mißlingt: Der Glaskolben springt. Nach Forró und Patai[2]) führt hier folgender Kunstgriff zum Ziel: Man ersetzt

---

[1]) Vgl. Warburg, E., Wied. Ann. **21**, 622, 1884; Heydweiller, A. und Kopfermann, F., Ann. d. Phys. **32**, 739, 1910; Loebe, W. W. und Ledig, W., ZS. f. techn. Phys. **6**, 287, 1925; Marton, L. und Rostás, R., ebenda **10**, 52, 1929; Suhrmann, R. und Breyer, F., Phys. ZS. **31**, 823, 1930.

[2]) Forró, M. und Patai, E., ZS. f. techn. Phys. **12**, 256, 1931.

zunächst an der Innenseite des Kolbens die Na-Ionen durch K-Ionen. Dazu wird der Kolben, der, wie beschrieben, in die Schmelze von $NaNO_3$ taucht, mit KNO_3 gefüllt und bei der Elektrolyse (20 mA, 30 Minuten) das äußere Bad mit der Kathode verbunden. Dann wird der Kolben gewaschen und mit Glühkathode versehen. Verfährt man jetzt wie oben angegeben, so setzen die von außen eindringenden Na-Ionen an der Innenwand K-Atome in Freiheit. — In analoger Weise kann man Rubidium- oder Caesiumüberzüge herstellen.

Um Na in Pyrexglas einzuführen, verwendet Pike [1]) ein Bad von $NaNO_2$ mit 0,4% KNO_2 + 0,8% $Ca(NO_2)_2$, 480 bis 510°; 5 mA/cm^2 gibt 4 mg Na pro cm^2 pro Stunde.

ε) Vollkommen frei von Wasserstoff erhält man Alkalimetalle durch Erhitzen ihrer Azide (z. B. KN_3) mit der S. 98 beschriebenen Anordnung. — Bariumherstellung aus BaN_6 siehe *Espe-Knoll*, S. 107.

K-Na-Legierung ist flüssig, wenn sie auf 1 Teil Na 2 bis 10 Teile K enthält [2]). Sie kann unter anderem zur Füllung von Leuchtröhren benutzt werden. Um sie herzustellen, schmilzt man Natrium in einer Porzellanschale unter Paraffinöl und bringt ein bis zwei Kaliumkugeln mit der Schmelze in Berührung. Die Legierung, die in ihrem Aussehen etwas an Quecksilber erinnert (aber sehr geringes spezifisches Gewicht hat), hält sich längere Zeit an der Luft, ohne sich vollständig zu oxydieren, flammt aber bei feinerer Verteilung unter Umständen plötzlich auf.

Gewöhnliches Glas und Quarzglas werden von heißen Alkalimetallen allmählich unter Bräunung angegriffen; Bleieinschmelzglas wird geschwärzt und springt. Besser als gewöhnliches Glas hält sich das Jenaer Glas 2654. Ein hervorragend beständiges Glas verwenden die Osramwerke für ihre Na-Dampflampen (Bezeichnung: „V 612 i, natriumfestes Glas").

b) Beryllium [3]). Beryllium ist ein in der Farbe dem Eisen ähnliches Leichtmetall, dessen spezifisches Gewicht nur 1,85 beträgt.

---

[1]) Pike, E. W., Rev. Scient. Instr. 4, 687, 1933.

[2]) Schmelzpunktsminimum — 12,5° C. Bei 75 Gew.-% Kalium. — Schmelzpunktsdiagramm von K-Na-Legierungen bei *Espe-Knoll*, S. 105, Abb. 107.

[3]) Wiss. Veröffentl. a. d. Siemenskonzern 7, Heft 1, 1929.

Ähnlich wie bei Aluminium überzieht sich eine frische Oberfläche sofort mit einer Oxydschicht, die das Metall vor weiterer Oxydation schützt. Das Metall ist sehr hart (ritzt Glas) und so spröde, daß es unter dem Hammer in kleine Stücke zerspringt. (Wenn es weniger als 0,1 % Verunreinigungen enthält, ist es möglicherweise duktil). Bei Rotglut ist es zwar schmiedbar, oxydiert sich aber sehr rasch. Immerhin kann man z. B. Plättchen von 1 bis 2 mm Dicke und 20 mm Durchmesser aus Beryllium herstellen [1]), die als Fenster für Röntgenröhren Bedeutung haben: die Durchlässigkeit des Berylliums für Röntgenstrahlen ist 17mal so groß wie die von Aluminium. Der Wärmeausdehnungskoeffizient ist so groß wie der von Eisen, der Schmelzpunkt liegt bei 1278° C. Der Widerstand einer „Säule“ von 1 m Länge und 1 mm² Querschnitt ist 0,185 Ω. Berylliumkathoden zerstäuben in der Glimmentladung noch weniger als Aluminiumkathoden. Das Metall ist unlöslich in Quecksilber, bildet also keine Amalgame. Bei 600 bis 800° läßt es sich aus einer Schmelze, die Alkalifluorid und Berylliumoxydfluorid enthält, galvanisch auf Cu, Ni, Fe, Al und Magnalium niederschlagen und legiert sich dabei oberflächlich mit dem Trägermetall.

Berylliumlegierungen s. S. 19.

Bezugsquelle: Siemens & Halske A.-G., Berlin-Siemensstadt.

c) Molybdän [2]). Aussehen, Härte und Oxydierbarkeit von Molybdän sind ähnlich denselben Eigenschaften von Eisen oder weichem Stahl. Spezifisches Gewicht: 10,3, Tragkraft: bis 220 kg/mm². Sein Schmelzpunkt liegt bei 2895 ± 10^0 K, sein Wärmeausdehnungskoeffizient ist $5{,}5 \cdot 10^{-6}$, sein Widerstand bei 25° C $0{,}05\ \Omega \cdot mm^2/m$. Es wird (abgesehen von seiner Verwendung als Legierungsbestandteil hochwertiger Stahlsorten) besonders zur Herstellung von Elektroden in Vakuumröhren gebraucht, weil es große mechanische Festigkeit mit einer größeren Bruchdehnung als Wolfram verbindet und weil es wesentlich billiger ist als dieses.

Einschmelzen von Molybdän in Glas: S. 53.

[1]) Vgl. Crane, H. R., Rev. Scient. Instr. 9, 428, 1938.

[2]) Vgl. Pokorny, E., „Molybdän“, Halle a. d. Saale 1927.

Molybdän läßt sich nicht „weichlöten", wohl aber (mit Messing und Borax, vgl. S. 35) „hartlöten".

Bezugsquelle: Firmenverzeichnis Nr. 23. Preise S. 17.

d) **Niob** (Columbium) ist ein dem Tantal ähnliches Metall. Schmelzpunkt, Verdampfung und Elektronenemission von sehr reinem Niob (spektroskopisch war lediglich eine Verunreinigung durch 0,02 % Zinn nachweisbar) untersuchten Reimann und Kerr Grant [1]). Der Schmelzpunkt ergab sich zu 2770° K.

Bezugsquelle: Siemens & Halske, Wernerwerk.

e) **Platin.** Mit den physikalischen Eigenschaften von Platin dürfte jeder Physiker vertraut sein. Wir verweisen auf die Kataloge der Platinschmelze G. Siebert, Hanau a. M., sowie auf die „Platin-Druckschrift" von W. C. Heraeus, Hanau a. M., aus der wir hier nur erwähnen, daß Heraeus Platin in fünf Reinheitsgraden herstellt:

„technisch reines" Platin mit 2 bis höchstens 3 Promille Fremdmetallen;

„chemisch reines" Platin mit höchstens 1 Promille Fremdmetallen;

„Geräteplatin" ist chemisch reines, dem zur Erhöhung seiner mechanischen Widerstandsfähigkeit einige Promille Platin-Begleitmetalle zugesetzt wurden;

„physikalisch reines Platin" mit höchstens 0,1 Promille Verunreinigungen;

„spektroskopisch reines Platin" mit weniger als 0,1 Promille Verunreinigungen.

In den Druckschriften sind auch die Eigenschaften der Platin-Begleitmetalle Palladium, Iridium, Rhodium, Ruthenium und Osmium, ferner die von Gold und Silber zu finden.

„Platinschwarz" s. S. 181.

Wegen seiner Unempfindlichkeit gegen unedle Gase ist Platin besonders für exakte vakuumtechnische Untersuchungen geeignet, bei denen es auf sehr reine Versuchsbedingungen ankommt.

f) **Quecksilber.** Für die meisten Verwendungszwecke muß das Quecksilber des Laboratoriums erst gereinigt werden [2]). Öl

---

[1]) Reimann, A. L. und Grant, C. Kerr, Phil. Mag. (7) 22, 34, 1936, II.

[2]) Ausführl. Reinigungsschema bei *Espe-Knoll*, S. 101.

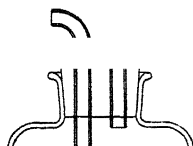
entfernt man durch Waschen des Quecksilbers mit Benzin oder mit Kalilauge, mechanische Verunreinigungen (die meist keine Rolle spielen, da sie spezifisch leichter sind und deshalb auf der Oberfläche schwimmen) beseitigt man durch Filtrieren. Dies geschieht entweder mit einem spitzwinkligen, aus einigen Bogen Papier oder Filtrierpapier zusammengedrehten Trichter, oder mit dem in Abb. 6 gezeichneten Trichter T mit etwa 20 cm langem Rohr, über dessen umgebördelte Mündung ein Stück „sämisch gegerbtes" Leder gebunden ist. Die Firma Haldenwanger in Spandau bringt ein Hg-Filter in Handel [1]), ein kräftiges, 60 cm langes Porzellanrohr, dessen untere Öffnung durch eine „keramische Filterplatte aus der porösen Masse PP" verschlossen ist. Unter dem Druck der Quecksilbersäule dringt durch die Poren der Filterplatte ein feiner Hg-Regen.

Ebenso geeignet sind die von Schott & Gen. hergestellten Glasrohre mit porösen Glasfilterplatten. Die Form G 2 (G = Geräteglas, 2 = Porenweite 40 bis 50 μ) erlaubt langsame Filtration unter dem eigenen Druck der Quecksilbersäule, G 3 benötigt eine Wasserstrahlpumpe.

Abb. 4. Reinigung von Quecksilber durch einen Luftstrom

Verunreinigungen durch gelöste Metalle lassen sich leider durch Filtrieren nicht entfernen: das blank filtrierte Hg bedeckt sich dann rasch mit einer grauen Oxydhaut, wenn man es in der Flasche schüttelt. Alle Fremdmetalle sind aber entweder leichter oxydabel oder schwerer flüchtig als Hg (oder, meistens, beides) und können dadurch entfernt werden.

α) Oxydation der Fremdmetalle durch einen Luftstrom: Eine kräftige Glasflasche Abb. 4 wird mit einem Gummistopfen mit zwei Bohrungen verschlossen. Durch die eine reicht ein Glasrohr bis zum Boden der Flasche, durch die zweite wird ein kurzes Rohr gesteckt, das mit einer Wasserstrahlpumpe verbunden ist. Man füllt die Flasche zu etwa $^1/_3$ mit Hg und saugt Luft hindurch. Die Metalloxyde sammeln sich als grauer Schlamm auf der Oberfläche

---

[1]) Vgl. Weber, B., ZS. f. techn. Phys. 8, 165, 1927.

und können durch Filtrieren oder Abgießen von dem gereinigten Hg getrennt werden. Burstyn[1]) verwendet zu dem gleichen Zweck einen „Scheidetrichter“. Seine Anordnung, die in Abb. 5 gezeichnet ist, dürfte ohne weitere Beschreibung verständlich sein. Er gibt an, daß 4 kg stark mit Pb, Sn und Zn verunreinigtes Hg schon nach einstündiger Behandlung keine Hautbildung mehr zeigte. Dieses Verfahren hat sich in unserem Institut sehr bewährt.

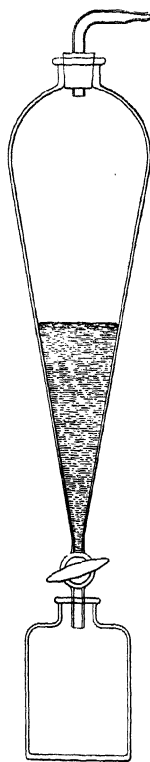



Abb. 5. Reinigung von Quecksilber nach Burstyn

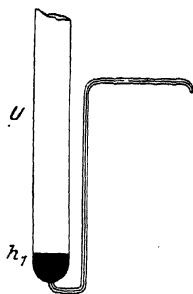
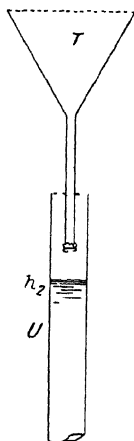



Abb. 6. Reinigung von Quecksilber durch Oxydation

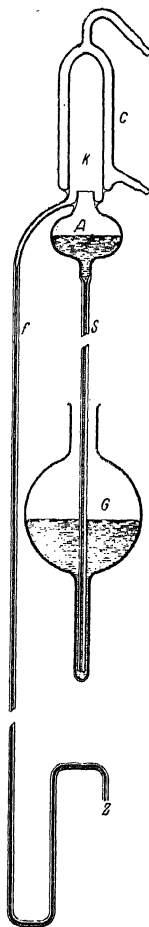



Abb. 7. Reinigung von Quecksilber durch Vakuumdestillation

[1]) Burstyn, W., ZS. f. techn. Phys. **13**, 505, 1932.

β) Oxydation durch Salpetersäure. In das Glasrohr U in Abb. 6 wird erst etwas reines Hg eingegossen (h_1), dann wird es bis zur Höhe h_2 mit verdünnter Salpetersäure (spez. Gewicht etwa 1,1) gefüllt. Der Regen von feinen Hg-Tröpfchen fließt durch die hohe Salpetersäureschicht, welche die Fremdmetalle entfernt. (Der Verfasser empfiehlt diese Methode weniger als die erstgenannte.)

γ) Intensiver wird das Quecksilber durch Destillation im Vakuum gereinigt. Stark verschmutztes Quecksilber muß jedoch vorher nach α) behandelt werden. Brauchbare Apparate werden u. a. von Leybolds Nachf., Köln, von W. C. Heraeus, Hanau (elektrische Heizung mit selbsttätiger Temperaturregulierung), auch von Fameda A.-G., Berlin, und R. Goetze, Leipzig, gebaut [1]). Es empfiehlt sich, die Destillation in hohem Vakuum und bei möglichst tiefer Temperatur vorzunehmen. (Gaede hat z. B. einen Apparat angegeben, der von Leybold gebaut wird, bei dem das Quecksilber bei Zimmertemperatur verdampft und sich an einer mit festem CO_2 gekühlten Wand verdichtet. Es scheint deshalb nicht notwendig ein Vorzug eines käuflichen Apparates zu sein, wenn er — bei entsprechend hoher Temperatur — sehr rasch destilliert.) Einen selbst hergestellten, seit Jahren benutzten Apparat der üblichen Bauart zeigt Abb. 7. Das Quecksilber wird in dem Kolben A erwärmt, der Dampf strömt durch ein weites, kurzes Verbindungsstück in den Kühler K, an dessen Wänden er sich kondensiert. A sitzt in einem mit Asbestwolle ausgelegten Topf auf einem Heizgitter, das über eine Signallampe mit der Lichtleitung verbunden wird. K wird durch strömendes Leitungswasser in dem Mantel C kräftig gekühlt. Das Steigrohr s und das Fallrohr f sind Kapillaren von etwa 2 mm Innendurchmesser. Um den Apparat zum erstenmal in Betrieb zu setzen, gießt man Quecksilber in G und schließt an die Öffnung Z eine Ölpumpe an. Das Quecksilber steigt beim Evakuieren nach A, destilliert nach Schließung des Heizstromes und füllt f. Dann kann die Pumpe

[1]) Literatur: Rohn, W., ZS. f. Instrkde. **32**, 349, 1914; Valentiner, S., ZS. f. techn. Phys. **2**, 260, 1921; Elçiabe, A., Phys. ZS. **22**, 120, 1921; Wetzel, J., ZS. f. techn. Phys. **6**, 155, 1925; Sederholm, P., Ark. f. Mat. och Fys. **18**, 11, 1925; Druckschriften der oben angegebenen Firmen.

entfernt werden. Das tropfenweise an der Wand von K herabfließende Quecksilber schiebt (nach dem Sprengelschen Prinzip) in dem engen Fallrohr kleine Luftvolumina vor sich her und erzeugt so ein hohes Vakuum. Der Apparat steht gefüllt und evakuiert bereit, wird bei Bedarf durch Einschalten des Stromes in Tätigkeit gesetzt und braucht stundenlang keine Wartung.

Wenn man sehr große Hg-Mengen destilliert hat, muß man gelegentlich G senken und heben, um das Hg in A mit dem in G zu mischen: Es kam vor, daß sich in A so viel Verunreinigungen angereichert hatten, daß das Metall in A zu einem sehr fest am Glas haftenden Amalgam erstarrt war.

Um die Bedienung der Destillierapparate noch mehr zu vereinfachen, z. B. den Betrieb über Nacht zu ermöglichen, schlägt Kretlow [1]) vor, in den Kolben A eine Elektrode einzuschmelzen, die (über ein Relais) den Heizstrom ausschaltet, wenn das Hg-Niveau zu weit sinkt. Bronson [2]) hängt das Vorratsgefäß G an Federn auf: Je leichter G durch die Destillation des Hg wird, desto mehr wird es von den Federn gehoben, so daß das Niveau praktisch konstant bleibt.

Hulett [3]) fand, daß sich Quecksilber bei der Vakuumdestillation nur schwer von Verunreinigungen durch Zink, Cadmium, Zinn, Kupfer oder Blei befreien läßt, daß dies dagegen leicht gelingt bei Gegenwart von etwas Luft, deren Sauerstoff diese Metalle, nicht aber das Quecksilber oxydiert.

δ) Nach Jaeger [4]) kann Quecksilber auch durch Elektrolyse gereinigt werden: Als Elektrolyt dient eine angesäuerte Lösung von Mercuronitrat. Anode ist das zu reinigende Quecksilber in einem weiten Gefäß, Kathode ein Platinblech in einer in demselben Gefäß stehenden kleineren Schale. Stromstärke: 10 mA pro qcm. Die Methode ist anscheinend nicht so verbreitet wie die Reinigung durch Destillation.

[1]) Kretlow, A., ZS. f. techn. Phys. **11**, 159, 1930.
[2]) Bronson, H. L., Journ. Opt. Soc. Amer. **14**, 517, 1927.
[3]) Hulett, G. A., Phys. Rev. **33**, 307, 1911.
[4]) Jaeger, W., ZS. f. Instrkde. **12**, 354, 1892.

Dampfdruck p des gesättigten Quecksilberdampfes als Funktion der Temperatur t^0 C:

t	+ 30	+ 25	+ 20	+ 10
p	$3{,}0 \cdot 10^{-3}$	$2{,}0 \cdot 10^{-3}$	$1{,}3 \cdot 10^{3}$	$5{,}4 \cdot 10^{-4}$

t	0	− 40	− 78	− 100	− 180
p	$2{,}1 \cdot 10^{-4}$	$1{,}7 \cdot 10^{-6}$	$3{,}2 \cdot 10^{-9}$	$7 \cdot 10^{-11}$	10^{-27}

Quecksilberdampf ist bekanntlich sehr gesundheitsschädlich. Zur Beseitigung des Dampfes empfiehlt Stock[1]) „Jodkohle" (mit etwa 5% Jod beladene Aktivkohle, Bezugsquelle: Degea A.-G., Berlin O 17, Rotherstr. 16—19, Preis 1 kg etwa 27 *RM*). „Werden offene Quecksilberflächen mit einer einige Millimeter hohen Schicht Jodkohle bedeckt, so wird jedes Verdampfen von Quecksilber in den Raum hinein verhindert."

Quecksilbersalze zählen zu den stärksten Giften.

g) **Rhenium,** das seit einigen Jahren vom Werk Hattorf der vereinigten Kaliwerke Salzdetfurth in Philippsthal (Werra) bezogen werden kann (1 g kostete im Jahre 1939 4,80 *RM*), wird vielleicht wegen seines hohen Schmelzpunktes (3440 ± 60° K) Bedeutung erlangen. Das Metall läßt sich bei Rotglut hämmern, walzen und schneiden. Sein spezifisches Gewicht ist 21, sein Wärmeausdehnungskoeffizient in der Kristallrichtung 001 $12{,}45 \cdot 10^{-6}$, in der Richtung 100 $4{,}7 \cdot 10^{-6}$, seine Tragkraft 50 kg/mm², sein Widerstand (bezogen auf 1 m Länge und 1 mm² Querschnitt) 0,02 Ω. Die Austrittsarbeit für Elektronen ist 5,1 e-Volt: Wolfram emittiert bei 1900° K zehnmal, bei 2700° K viermal soviel Elektronen wie Rhenium.

(Aus der Monographie „Das Rhenium" von Ida und Walter Noddak, Leipzig 1933.)

Über Thermoelemente aus Rheniumlegierungen (Platinschmelze G. Siebert in Hanau) vgl. S. 145.

h) **Tantal** mit nur 1 Promille Verunreinigungen wird als Draht (0,1 bis 40 mm Durchmesser), als Blech (0,05 bis 10 mm Dicke)

[1]) Stock, A., ZS. f. angew. Chem. 47, 64, 1934. — DRP. Nr. 588531/31/33.

und auch in Form von Tiegeln und nahtlosen Rohren von Siemens & Halske hergestellt [1]). Tantal ist ein bläulichweißes, duktiles Metall, das sich gut auf Hochglanz polieren läßt. Sein spez. Gewicht ist 16,6, sein Elastizitätsmodul 19000 kg/mm², seine Zerreißfestigkeit 35 bis 120 kg/mm². Der Schmelzpunkt liegt [2]) bei 3300° K. Ein Draht von 1 m Länge und 1 mm² Querschnitt hat bei 20° C 0,155 Ω. Tantal kann in manchen Fällen das Platin ersetzen, da es, wesentlich billiger als dieses, ähnliche Eigenschaften besitzt, z. B. die Beständigkeit gegen chemische Einflüsse. In der Kälte wird Tantal nur von Flußsäure angegriffen. Von geschmolzenem Ätzkali wird es allerdings unter Feuererscheinung gelöst, an Luft oxydiert es sich bei Temperaturen über 500° C zu Tantalpentoxyd Ta_2O_5. Mit Quecksilber legiert es sich nicht. Im Vakuum zeichnet sich Tantal durch vorzügliche Getterwirkung (S. 104) aus und wird deshalb gerne als Anodenblech benutzt. Es ist besonders befähigt, große Mengen Wasserstoff aufzunehmen (bei 600° C das 740fache seines Volumens!), die es erst beim Schmelzen im Vakuum wieder freigibt. (Der Wasserstoff macht das Tantal brüchig.) Zwischen 2000 und 2500° K ist die Elektronenemission von Tantal etwa zehnmal so groß wie die von Wolfram [3]).

Preise s. S. 17.

Bezugsquelle: Firmenverzeichnis Nr. 108.

i) **Wolfram.** (Englisch: tungsten!) Eisengraues Metall, das sich wegen seiner Härte nicht feilen, sägen oder bohren, sondern nur schleifen läßt. Erst bei Gelbglut wird es geschmeidiger, oxydiert sich aber stark. Wenn man einen Wolframdraht von mehr als 0,3 mm Durchmesser zu einer engen Spirale wickeln muß, macht man das Stück, das eben um den Dorn gebogen wird, in der Gebläseflamme glühend. Spez. Gewicht: 19,35. Einkristalldrähte besitzen einen Elastizitätsmodul bis 40000 kg/mm², einen Torsionsmodul von 17000 kg/mm². Beide Moduln ändern sich bis 800° C nur wenig. Zerreißfestigkeit maximal 400 kg/mm². (Ein Draht

---

[1]) „Das Tantal als Werkstoff", „Das Tantal und seine Verwendung in der Industrie", Druckschriften von Siemens & Halske.

[2]) Worthing, A. G., Phys. Rev. 28, 174, 1926.

[3]) Simon, H., Wiensches Handb. d. Experimentalphys. **13**.

von 10 μ trägt also noch 30 g.) W-Drähte lassen sich bis 5 μ Dicke ziehen. Der Schmelzpunkt von W liegt bei 3667 ± 20° K, er ist der höchste von allen Metallen. Wärmeausdehnungskoeffizient bei Zimmertemperatur $4{,}3-4{,}6 \cdot 10^{-6}$. Wärmeleitzahl zwischen 1500 und 2000° C 0,3 cal/cm · grad. Austrittsarbeit für Elektronen 4,5 e-Volt. Der elektrische Widerstand eines Drahtes

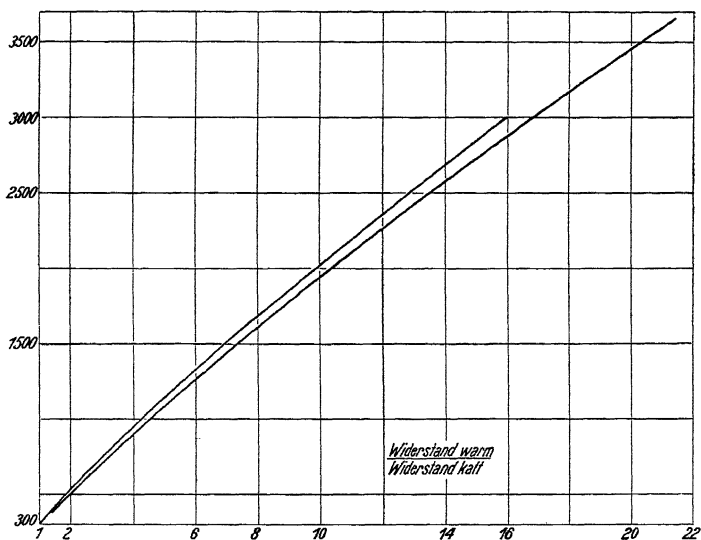



Abb. 8. Änderung des elektrischen Widerstandes von Wolfram mit der Temperatur. Obere Kurve nach W. E. Forsythe und E. M. Watson, Journ. Opt. Soc. Amer. 24, 114, 1934, untere Kurve nach I. Langmuir, Gen. El. Rev. 30, 1927

von 1 m Länge und 1 mm² Querschnitt ist 0,05 bis 0,06 Ω. Seine Änderung mit der Temperatur ist in Abb. 8 dargestellt.

Man setzt dem Wolfram stets einige Prozent Thoriumoxyd zu, wodurch die Rekristallisation stark verzögert und dadurch die Lebensdauer von in Vakuum glühenden Drähten sehr erhöht wird.

Einer Tabelle von Barkhausen[1]) entnehmen wir die folgenden Beziehungen zwischen Drahtdurchmesser (mm), Heizstromstärke

---

[1]) Barkhausen, H., „Elektronenröhren". 1. Bd., Leipzig 1931.

(Amp.) und der Temperatur (in Grad K), die der im Vakuum glühende Draht annimmt:

Durchmesser:	0.1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
2000° K	1,0	2,9	8,0	15	24	22
2400	1,4	4,1	11,5	22	32	46
2600	1,6	4,7	13,0	24	37	52

Bei Zimmertemperatur wird Wolfram merklich nur von Fluor angegriffen. Von 900° an bildet sich in sauerstoffhaltiger Atmosphäre ein sofort verdampfendes gelbes Oxyd. Gegen Quecksilber sowie gegen Wasserstoff ist Wolfram unempfindlich, Wasserstoff wird jedoch an glühendem Wolfram in Atome zerlegt. Ein im Vakuum glühender Wolframdraht wird durch Spuren von Wasserdampf in kurzer Zeit zerstört, und zwar durch folgende Reaktionen [1]: Zuerst reagiert der Wasserdampf mit dem glühenden Metall, es bildet sich H_2 und das erwähnte flüchtige Oxyd (W_2O_5). Dieses schlägt sich auf der Glaswand nieder, H_2 wird dissoziiert und der atomare Wasserstoff reduziert das Oxyd, es bildet sich H_2O zurück und der Vorgang beginnt wieder von vorn. — Will man einen dicken Wolframdraht (etwa zur Verringerung seines Durchmessers) kräftig anätzen, so macht man ihn glühend und reibt ihn auf einem Stück Natriumnitrit: es erfolgt unter lebhaftem Aufglühen eine Reaktion. Dünnere Drähte taucht man besser in ein auf 300° C erhitztes Bad von geschmolzenem Natriumnitrit oder bringt sie als Anode in ein elektrolytisches Bad von wässeriger Natriumnitritlösung.

Die Wolframteilchen der nach dem „Spritzverfahren“ hergestellten Fäden lassen sich durch lokales Erhitzen so ordnen, daß man Drahtstücke erhält, die aus mehrere Dezimeter langen Einkristallen bestehen. Solche (gerade gestreckte) Drahtstücke können von der Firma Pintsch (Firmenverzeichnis Nr. 89), der dieses Verfahren geschützt ist, bezogen werden. „Pintschdrähte“ zeigen keine elastische Nachwirkung. Zur Herstellung von Glühlampen usw. werden sie nicht verwendet, weil ihr Preis bedeutend höher ist als der von gezogenen Drähten. „Pintschdrähte“ sollen bei hohen Temperaturen nicht so leicht „durchsacken“ wie gezogene Drähte.

---

[1]) Langmuir, I., Trans. Amer. Inst. El. Eng. 32, 1921, 1913.

Wolfram läßt sich praktisch nicht amalgamieren und nicht verzinnen (und daher nicht weichlöten). Hartlöten mit Messing und Borax S. 35.

Bezugsquelle: Firmenverzeichnis Nr. 23.

Die Preise der Edelmetalle sind erheblichen Schwankungen ausgesetzt und unter Umständen (z. B. bei sehr dünnen Folien) überwiegen die „Formkosten" bei weitem die Materialkosten. Die nebenstehende Tabelle soll jedoch einen beiläufigen Überblick geben.

Metall	Platin	Tantal	Wolfram	Molybdän
Spez. Gew. g/cm³	21,4	16,6	19,1	10,2
100 cm² Blech, 1 mm . . . . RM	70	10	3,80	1,32
Draht 0,1 mm D. 100 m . RM	80	30	7,00	1,50

k) Zirkon [1]. Silberglänzendes Metall, duktil, wenn frei von N_2 und O_2; spezifisches Gewicht 6,52. Es läßt sich zu Folien von 20 μ Dicke auswalzen und zu Drähten bis 30 μ Durchmesser ziehen. Tragkraft: 95 kg/mm². Zr schmilzt bei 2130° K. Sein Ausdehnungskoeffizient ist $6{,}3 \cdot 10^{-6}$. Elektrischer Widerstand bei 0° C: 0,41 Ω pro m bei 1 mm² Querschnitt.

Zirkon ist, ähnlich wie Al, von einer unsichtbaren, schützenden Oxydhaut bedeckt. Ohne diese ist es chemisch sehr aktiv. Es ist ein vorzüglicher Getter in Vakuumröhren (vgl. S. 104), da es so gut wie alle Gase (H_2 bei 300—400° C, O_2, N_2, CO, CO_2, H_2O bei 1400° C) aufzehrt. Da die Verbindungen fast alle im Metall löslich sind, bleibt dabei stets die reine Metalloberfläche erhalten. Die Austrittsarbeit für Elektronen ist 4,13 e-Volt.

Ein Röntgenrohr mit Molybdän-Antikathode gibt durch eine 30 μ-Zr-Folie (die vollkommen vakuumdicht ist) eine praktisch monochromatische Strahlung, da die Mo-$K\beta$-Linie absorbiert wird, die $K\alpha$-Linie dagegen nicht.

[1] Van Arkel, A. E. und de Boer, J. H., ZS. f. anorg. u. allgem. Chem. **148**, 345, 1925; de Boer, J. H. und Fast, J. D., ebenda **153**, 1, 1926. — Monographie „Zirkonium" von de Boer, J. H., aus dem „Naturkundig Laboratorium der N. V. Philips Gloeilampenfabrieken, Eindhoven, Holland, 1930; Fast, J. D., Philips techn. Rundschau **3**, 353, 1938.

Bezugsquelle: Foote Mineral Company, Ing. Philadelphia, Pa., USA.; J. D. Riedel—E. de Haën, A.-G., Berlin-Britz (Pulver).

Die Herstellung von spektroskopisch reinem Cer, Lanthan und Neodym durch Erhitzung der Amalgame beschreibt Audrieth [1]). Er weist auf die Verwendbarkeit dieser Metalle als Getter hin.

Die Werkstoffeigenschaften eines Metalles können sich, wie besonders Untersuchungen der letzten Jahre gezeigt haben [2]), durch kleine Verunreinigungen von Grund aus ändern. Wenn z. B. Kupfer mehr als 0,002 % Wismut enthält, kann es nicht mehr zu Draht gezogen werden. Das dürfte auch der Grund für die Veredelung vieler Metalle und Legierungen durch das Umschmelzen und gründliche Entgasen im Vakuum sein [3]).

2. Metall-Legierungen, -Carbide und -Nitride

Aus der fast unerschöpflich großen Zahl der Legierungen sind hier nur einige ausgewählt, die als Werkstoffe in bezug auf eine bestimmte Eigenschaft „Spitzenleistungen" darstellen. Im übrigen muß auf die einschlägigen Lehrbücher [4]) verwiesen werden.

a) **„Leichtmetalle"** die bei geringem spezifischen Gewicht befriedigende mechanische Eigenschaften haben, sind Legierungen, bei denen entweder Aluminium vorherrscht („Duraluminium" mit mehr als 90 % Al, „Magnalium" mit 70 bis 98 % Al) oder Magnesium. Dieses ist der wesentlichste Bestandteil des „Elektronmetalls" (etwa 90 % Mg, etwa 9 % Zn, Rest Al und Mn). Spez. Gewicht: 1,84; Zugfestigkeit 32 bis 39 kg/mm², Wärmeausdehnung $27 \cdot 10^{-6}$, Schmelzpunkt 630°, elektr. Widerstand: 1 m, 1 mm² 0,08 Ohm.

Bezugsquelle: I. G. Farbenindustrie A.-G., Verkaufsgemeinschaft Chemikalien, Frankfurt a. M. Zum Feilen und Drehen ist besonders geeignet die Legierung AZ 31.

---

[1]) Audrieth, L. F., Metallwirtschaft 14, 3, 1935.

[2]) Gerlach, W., „Die chemische Emissions-Spektralanalyse, Leipzig (Voss): I. Teil 1930.

[3]) Vgl. „Die Heraeus-Vakuumschmelze", Hanau 1933, auch die Druckschrift der Deutschen Edelstahlwerke (Firmenverzeichnis Nr. 23).

[4]) Literatur in Gehlhoffs Handb. d. techn. Physik; v. Schwarz, M., Metall- und Legierungskunde.

Ein Nachteil aller Leichtmetalle ist ihre geringe Korrosionsbeständigkeit. Neuerdings oxydiert man die Oberfläche durch Elektrolyte, d. h. man erzeugt eine Schicht von Al_2O_3, deren Dicke bis zu 30 μ betragen kann [1]. „Eloxalverfahren." Die Härte des Überzuges liegt zwischen der von Quarz und Korund, er ist porös, haftet außerordentlich fest und isoliert vorzüglich (Durchschlagsfestigkeit max. 400 Volt). Nach dem MBV.-Verfahren genügt es zur Erzeugung der Oxydhaut, das Metall 5 bis 10 Minuten in einer auf 90 bis 100° C erhitzten wässerigen Lösung von 5% Soda, wasserfrei, und 1,5% Natriumchromat zu baden.

b) Legierungen, die zwar wenig bruchsicher, aber sehr hart sind, bestehen aus Kobalt, Chrom und Wolfram. Hier sind Titanit [2], Stellit, Böhlerit und Akrit zu nennen, die besonders für „Schnelldrehstähle verwendet werden, da ihre Härte auch bei Rotglut noch erhalten bleibt. Noch härter, aber auch noch spröder sind Legierungen, die Wolframcarbid enthalten, z. B. das Widiametall der Fr. Krupp A.-G. in Essen, mit dem man (bei großer Schnittgeschwindigkeit und gleichmäßigem, automatischem Vorschub) Glas drehen und bohren kann. Widia (= wie Diamant) besteht aus $WC + 5\%$ Co. Es ist etwas härter wie Korund und behält seine Härte bis 800° C bei. Sein Elastizitätsmodul ist etwa 60000 kg/mm², sein Torsionsmodul etwa 13000 kg/mm².

Noch näher steht dem Diamanten das Borcarbid B_4C, das unter der Bezeichnung „Norbide" als Pulver oder in fertige Werkstücke eingegossen von der Norton Co. in Worcester hergestellt wird.

c) Legierungen von vorzüglichen mechanischen Eigenschaften (Elastizität, Ermüdungsfestigkeit) sind die von Heraeus [3] hergestellten Kupfer-, Nickel-, Kobalt- und Kontrazid-Berylliumlegierungen. Federn aus solchen Metallen sind bei gleichem Arbeitsvermögen wesentlich bruchsicherer als Stahlfedern, dabei rostsicher und praktisch unmagnetisch. Andere Legierungen eignen sich wegen ihrer Beständigkeit gegen starke Säuren, ihrer Härte und Bruchsicherheit z. B. für chirurgische Instrumente. Die Legierung „Nivarox" hat einen zwischen -20 und $+40°$

---

[1] Fischer, H., ZS. f. Metallkde. **27**, 25, 1935; Birett, W., Metallwirtschaft **14**, 188, 1935.

[2] Bezugsquellenverzeichnis Nr. 24.

[3] Siehe Note 3, S. 18.

praktisch konstanten Elastizitätskoeffizienten. Auch sie ist „unmagnetisch und praktisch rostfrei und übertrifft damit die bisher für diesen Zweck benutzten Elinvar-Spiralen bedeutend“[1]).

Wolfram und Molybdän lassen sich in jedem Verhältnis miteinander legieren. Diese Legierungen („Moly-B-Material“) vereinigen in gewissem Sinne die Vorzüge der beiden reinen Metalle. — Hier sei auch auf die „Elmet“-Metalle hingewiesen, Verbundmetalle von Wolfram und Silber bzw. Wolfram und Kupfer, die den übrigen für Schalterkontakte und Schweißelektroden benutzten Metallen überlegen sind. — Bezugsquelle: Firmenverzeichnis Nr. 23.

d) Einen bei Zimmertemperatur sehr kleinen Wärmeausdehnungskoeffizienten ($1{,}2 \cdot 10^{-6}$ und weniger) besitzen Legierungen von 35 bis 38 % Nickel, 0,3 bis 0,5 % Kohlenstoff, Rest Eisen: „Invar“, „Indilatan“. Diese Nickelstähle sind wegen ihrer Zähigkeit schwer zu verarbeiten. Sie verlieren ihre Vorzüge beim unsachgemäßen Ausglühen[2]). Ihre Wärmeleitfähigkeit ist gering.
Bezugsquellen: Verzeichnis Nr. 60 und 61.
Durch einen Zusatz von 12 % Chrom zu der Invarlegierung erreichte Guillaume[3]), daß der Temperaturkoeffizient des Elastizitätsmoduls = 0 wurde: „Elinvar“. (Vgl. dazu c, S. 19.)

e) **Legierungen von niedrigem Schmelzpunkt.** In der nebenstehenden Tabelle (aus Ullmann, Enzyklopädie der techn. Chemie) sind die Gewichtsprozente Cadmium, Blei, Zinn und Wismut verzeichnet, welche eine Legierung von dem angegebenen Schmelzpunkt (Sm.) bilden:

Legierung nach	Cd	Pb	Sn	Bi	Sm. °C
Wood	12,5	25	12,5	50	70
Newton	10	28	17	45	70
Lipowitz	10	27	12	50	55—60

f) Die höchsten überhaupt bekannten Schmelzpunkte haben die Carbide von gewissen Schwermetallen, deren physikalische

---

[1]) Siehe Note 3, S. 18.

[2]) Ausdehnung von Stählen mit 36,4 bis 42,2 % Ni: Hidnert, P. und Sweeney, W. T., Phys. Rev. 29, 911, 1927.

[3]) Guillaume, Ch. Ed., „L'invar et l'élinvar“. Le prix Nobel en 1919—1920. 1922.

Eigenschaften von Becker[1]) untersucht wurden. Es ergeben sich folgende Schmelzpunkte (in Grad K):

TiC	NbC	CrC	TaC	HfC	4 TaC + 1 ZrC	4 TaC + 1 HfC
3410	3770	3805	4150	4160	4200	4215° K

g) Magnetische Legierungen. Die Güte von permanenten Magneten definiert man[2]) durch das Energieprodukt $\mathfrak{B}_r \cdot \mathfrak{H}_c$. Dieses ist für Kobalt-Chromstahl $1 \cdot 10^6$ bis $1{,}9 \cdot 10^6$, für den Nickel-Aluminiumstahl von Mishima (K-S-Stahl) $2{,}15 \cdot 10^6$, für den „neuen K-S-Stahl" von Kotaro Honda[3]) $6{,}1 \cdot 10^6$. Bezugsquelle: Hochfrequenz-Tiegelstahl G. m. b. H. in Bochum.

Auch auf dem Gebiet der magnetisch weichen Legierungen sind Fortschritte erzielt worden. Es zeigen die höchsten Werte für die

Anfangspermeabilität .	Permalloy C	10000	Heraeus
	Mumetall	12000	Heraeus
	„1040"	40000	Siemens & Halske
Maximalpermeabilität .	Hyperm 50 B	50 bis 100000	Friedr. Krupp A. G.
	Permalloy	„ 100000	Heraeus
	Hipernik	„ 167000	Westinghouse Man. Co.

h) Die Eigenschaften der V_2A-Stähle sind in den Druckschriften Ve 3438 und 3439 (1934) „Nichtrostende und säurebeständige Stähle" der Firma Fr. Krupp A.-G., Essen behandelt. — Vakuumtechnisch in Betracht kommende Eigenschaften von Eisen, Nickel, Kupfer und Aluminium vgl. *Espe-Knoll.*

i) Eine Legierung (richtiger Mischung) von hohem spezifischen Gewicht (16,3 bis 16,5) erhält man nach Smithells[4]), wenn man Wolframpulver mit etwa 5% Nickel- und 5% Kupferpulver in einer Wasserstoffatmosphäre bei 1450° C zusammensintert. Der Werkstoff, der eine Zerreißfestigkeit von etwa 36 kg/mm² besitzt, eignet sich zur Abschirmung harter Strahlung, für kleine Schwungräder usw.

---

[1]) Becker, K., „Hochschmelzende Hartstoffe und ihre technische Anwendung", Berlin 1933; auch Phys. ZS. **34**, 185, 1933.

[2]) Arch. techn. Messen, V 956–1, Oktober 1932.

[3]) Honda, Kotaro, Metallwirtschaft **13**, 425, 1934.

[4]) Smithells, C. J., Nature **139**, 490, 1937.

3. Nichtmetalle

a) **Kohleelektroden** (Bogenlampenkohlen) für Spektraluntersuchungen zeigen bekanntlich hartnäckig fremde Linien, besonders von Na, Ca, Mg, Cu. Nach Russanow [1]) genügt es zur Entfernung dieser Linien, die Kohle 10 bis 20 sec in Luft bei 2700° K auszuglühen. Heyne [2]) empfiehlt das Ausglühen bei 2000° K in einem Stickstoffstrom, dem man Chlor oder Tetrachlorkohlenstoff-Dampf beimengt.

Durch Erhitzen von reinem Kohlepulver auf 2500° C wandelt sich die Kohle in Graphit um: „Elektrographit" von Conradty und den Siemens-Planiawerken. Graphitzylinder sind bis 40 cm Durchmesser bei 1,5 m Länge lieferbar. Vakuumtechnisch zeichnet sich Elektrographit durch hohen Schmelzpunkt, niedrigen Dampfdruck und Unempfindlichkeit gegen Quecksilber aus. Zudem ist er ein billiges Rohmaterial.

Bezugsquellen für reine Kohlen- und Graphitstäbe und Rohre: Verzeichnis Nr. 18 und 109.

Kolloidalen Graphit in wässeriger Lösung bringt die Firma J. D. Riedel-E. de Haën in Berlin-Britz unter der Bezeichnung „Hydrokollag" in Handel. Das Präparat gibt beim Aufpinseln festhaftende Graphitüberzüge (vgl. S. 88).

b) Die Herstellung von stark lichtbrechenden **Selenkristallen** (von allerdings nur 2 mm Kantenlänge) beschreibt S. Kyropulos in der Zeitschr. f. Phys. **40**, 618, 1926.

c) **Reinstes Wasser** (für Atomgewichtsbestimmungen) stellten Hönigschmid und Sachtleben [3]) auf folgende Weise her: „Das destillierte Wasser des Laboratoriums wurde ein zweites Mal mit alkalischem Kaliumpermanganat durch Glaskühler und ein drittes Mal mit etwas Kaliumbisulfat durch Zinnkühler destilliert. Die rechtwinklig abgebogenen Kühler waren direkt ohne jedes Dichtungsmaterial in die Einschnürung des Destillationskolbens eingesetzt. Das reine Wasser wurde in Jenakolben gesammelt, die seit vielen Jahren diesem Zweck dienen."

---

[1]) Russanow, A. K., ZS. f. anorg. Chem. **219**, 332, 1934.

[2]) Heyne, G., S.-A. ZS. f. angew. Chem. **45**, 612, 1932.

[3]) Hönigschmid, O. und Sachtleben, R., ZS. f. anorg. u. angew. Chem. **221**, 65, 1934.

Guntz[1]) empfiehlt, in den Weg des Dampfes Schottsche Glasfilter einzuschalten, welche die mitgerissenen Tröpfchen zurückhalten.

1 Liter destilliertes Wasser, das bei Zimmertemperatur längere Zeit an der Luft gestanden hat, enthält nach Dunoyer[2]) 34 cm^3 Luft.

„Schweres Wasser", dessen Wasserstoff zu 5 bis fast 100 % durch das schwere Isotop ersetzt ist, ferner Deuteriumgas (D_2) in Druckflaschen sowie eine große Anzahl Schwerwasserstoff-Verbindungen, wie z. B. Deutero-Paraffin liefert die Norsk Hydro-Elektrisk Kvaelstofaktieselskab[3]) in Oslo, Vertretung für Deutschland: I. G. Farbenindustrie A.-G., Frankfurt a. M., 20; 99 %ige Präparate für etwa *RM* 3,25 pro Gramm.

d) Als **„keramische Massen"** bezeichnet man vorzugsweise Erzeugnisse aus variablen Mengen von Al_2O_3, MgO und SiO_2. Allgemein zeichnen sie sich durch hohe Temperaturbeständigkeit und gutes Isolationsvermögen aus. Im weiteren Sinne sind keramische Massen die bei hoher Temperatur gebrannten Oxyde von Be, Zr und Th. Ersetzt man endlich das Si durch das im periodischen System unter ihm stehende Ti, so erhält man Produkte mit abnorm hoher Dielektrizitätskonstante (siehe unten).
Eine systematische Darstellung würde den Rahmen dieses Buches weit überschreiten. Wir greifen nur einige Werkstoffe heraus und verweisen im übrigen auf die Arbeiten von Handrek und seinen Mitarbeitern[4]) und auf die Druckschriften der (hier in alphabetischer Reihenfolge angeführten) Firmen: Deutsche Gold- und Silberscheideanstalt in Frankfurt a. M. („Degussa"), Porzellanmanufaktur W. Haldenwanger in Berlin-Spandau, Hermsdorf-Schomburg-Isolatorengesellschaft in Hermsdorf in Thüringen („Hescho"), Staatliche Porzellanmanufaktur Berlin, Steatit-Magnesia A.-G. Berlin-Pankow.

Aluminiumoxyd Al_2O_3. Über die vorzüglichen Eigenschaften dieses Werkstoffs, der früher von den Siemenswerken hergestellt

---

[1]) Guntz, A., Journ. de Phys. et le Radium 8, 47, 1937.
[2]) Dunoyer, L., C. R. 185, 271, 1937; Löslichkeit von Edelgasen in Wasser, Valentiner, S., ZS. f. Phys. 42, 253, 1927.
[3]) Vgl. die interessante Druckschrift „Schweres Wasser, D_2O" dieser Firma.
[4]) Handrek, H., Arch. techn. Messen, Z 944-1, 1931, und 944-3, 1935.

wurde („Sinterkorund") berichtete Gerdien[1]. Neuerdings stellt Haldenwanger eine gasdicht gesinterte Masse aus 99,7 %igem Al_2O_3 her (Bezeichnung „Alsint"), die ähnliche Eigenschaften haben dürfte. Die folgenden Angaben sind teils der Druckschrift von Haldenwanger, teils der Arbeit von Gerdien entnommen: Spez. Gew. 3,75; Härte 9 (Korund); Schmelzpunkt 2050° C (scharf, kein Erweichungsinterwall). Gasdicht. Ausdehnungskoeffizient zwischen 20 und 800° C im Mittel $6{,}3 \cdot 10^{-6}$. Wärmeleitvermögen wesentlich größer als das von Porzellan, fast so groß wie das von Neusilber. Elektrischer Widerstand bei hohen Temperaturen: siehe Abb. 48, S. 192. — Das Material ist gegen fast alle Chemikalien beständig, z. B. auch gegen (siedende!) Flußsäure. Es wird (im Gegensatz zu Magnesiumoxyd) von Wolfram nicht reduziert (bis 2000° C).

Magnesiumoxyd schmilzt bei 2800° C. Gasdichte Geräte aus praktisch reinem MgO stellt „Degussa" her. Das Material, das wegen seines hohen Ausdehnungskoeffizienten von etwa $1 \cdot 10^{-5}$ recht temperaturempfindlich ist, kann in neutraler oder oxydierender Atmosphäre bis 2500° C verwendet werden (im Vakuum verdampft MgO bei diesen Temperaturen stark).

Reines, kristall. MgO (Periklas, β-Magnesia) wird als Abfallsprodukt bei der Erzeugung von Magnesia-Isolatoren erhalten[2]. Es ist der einzige durchsichtige Stoff, der auch bei hoher Temperatur (450° C) von Alkalidämpfen nicht merklich angegriffen wird, und ist deshalb als Fenster (bis 30 mm Durchmesser) für eiserne Vakuumröhren von Wichtigkeit. Dazu ist besonders günstig, daß sein Ausdehnungskoeffizient gleich dem vom Schmiedeeisen ist. Es ist durchlässig von $\lambda = 5\ \mu$ bis 2150 Å. Seine Brechzahl ist bei 7065 Å 1,7313, bei 2536 Å 1,845.

Bezugsquelle: Norton Co; General Electric Co. Preis 1 Dollar pro Pfund.

Magnesiumsilikatreiche Massen sind das Steatit und das Frequenta der Steatit-Magnesia A.-G., ferner das Calit, Calan und Ultracalan von „Hescho". Sie zeichnen sich durch geringe elektrische Leitfähigkeit bei hohen Temperaturen und große

---

[1]) Gerdien, H., ZS. f. techn. Phys. **13**, 586, 1932; ZS. f. Elektrochem. **39**, 13, 1933.

[2]) Vgl. Strong, J. und Price, R. T., Journ. opt. Soc. Amer. **25**, 205, 1935.

mechanische Festigkeit, besonders aber durch sehr niedrige dielektrische Verluste aus.

Pythagorasmasse ist ein von Haldenwanger hergestelltes Hartporzellan, das bis 1580° C gasdicht, bis 1750° C verwendbar ist.

Ein wertvoller keramischer Rohstoff ist reines Berylliumoxyd, dessen Schmelzpunkt höher als 2500° C liegt. Infolge seiner großen Wärmeleitfähigkeit ist das Material sehr unempfindlich gegen schroffen Temperaturwechsel. Gasdichte Geräte aus BeO liefert „Degussa".

Die höchsten Schmelzpunkte haben Zirkonoxyd (2700° C) und Thoriumoxyd (3000° C). Zirkonoxydgeräte sind bis etwa 2400° C brauchbar, sie sind aber etwas porös und empfindlich gegen schroffen Temperaturwechsel. Dies gilt in noch höherem Maße von den Erzeugnissen aus Thoriumoxyd.

Bezugsquelle für ThO_2-Geräte: „Degussa", für ZrO_2-Geräte: „Degussa" und Staatliche Porzellanmanufaktur.

Auf die Massen, deren Hauptbestandteil Titanoxyd bildet, wurde schon oben hingewiesen. Die Dielektrizitätskonstante dieser Stoffe kann willkürlich auf Werte von 40 bis 80 eingestellt werden. Sie zeichnen sich außerdem dadurch aus, daß der Temperaturkoeffizient der Dielektrizitätskonstante negativ ist, endlich durch sehr geringe dielektrische Verluste bei Hochfrequenz. Bezugsquellen: „Hescho" liefert „Condensa", Steatit-Magnesia A.-G. „Kerafar".

Die Wärmeausdehnung keramischer Massen bis 2000° C untersuchten H. Ebert und C. Tingwaldt [1]). Für ein Temperaturintervall von 0 bis 1500° C wurde gefunden: für MgO 23 mm/m, für Al_2O_3 13 mm/m. ZrO gibt ganz unregelmäßige Werte (5 bis 17 mm/m).

e) **Quarzgut und Quarzglas.** Je nach der Reinheit des Ausgangsmaterials erhält man undurchsichtiges, weißes Quarzgut mit rauher, seidenglänzender oder mit glatter Oberfläche, oder klardurchsichtiges, (nahezu) optisch leeres Quarzglas (geschmolzener Bergkristall). Beide Arten lassen sich miteinander verschmelzen. Man kann aus Quarzgut verhältnismäßig große, kompliziert gebaute und doch nicht zu teure Gefäße herstellen und sie mit an-

[1]) Ebert, H. und Tingwaldt, C., Phys. ZS. **37**, 471, 1936.

geschmolzenen durchsichtigen Röhren, ja sogar einigermaßen optisch planen Scheiben aus Quarzglas als Fenster versehen.

Quarzglas besteht aus reiner Kieselsäure (SiO_2) und wird daher von Flußsäure und kochender Phosphorsäure stark angegriffen. Es ist bis 1100° für Thermometer brauchbar, evakuierte Röhren halten maximal 1200° aus, ohne eingedrückt zu werden. Die geeignete Temperatur zum Blasen des Glases ist 1700 bis 1800° C. (Man benötigt daher ein Knallgas- oder ein Acetylen-Sauerstoffgebläse und eine dunkle Brille; dünne Röhrchen kann man jedoch auch in der Leuchtgas-Sauerstoffflamme abschmelzen.) Bei 1850° ist das Glas leichtflüssig und verdampft stark. Sein Ausdehnungskoeffizient ist nur $0{,}53 \cdot 10^{-6}$ (1 m, 100°: 0,05 mm), und daher rührt die berühmte Unempfindlichkeit gegen schroffen Temperaturwechsel: Man kann glühendes Quarzglas in kaltem Wasser abschrecken, ohne das Springen befürchten zu müssen. Die mechanische Festigkeit (Zerbrechlichkeit) ist dagegen nur ungefähr so groß wie die von Glas. Ein Quarzröhrchen läßt sich mit dem „Glasmesser" ritzen wie ein Glasrohr und durch ziehendes Biegen abbrechen wie dieses.

Quarzglas ist schon bei Zimmertemperatur noch mehr bei hohen Temperaturen für Helium und Wasserstoff durchlässig [1]). Mc Lennan und Wilhelm [2]) fanden, daß ein Vakuummantelgefäß aus Quarzglas bereits nach einmaliger Füllung mit flüssigem Helium sein Vakuum verschlechtert hatte. Nach Lord Rayleigh [3]) diffundiert pro Tag durch 1 cm² einer 1 mm dicken Platte bei 1 Atmosphäre und bei Zimmertemperatur 0,3 mm³ Helium. Wegen der Durchlässigkeit für Wasserstoff soll man Vakuumgefäße aus Quarzglas nicht in der Bunsenbrennerflamme erhitzen. — Nach Biltz und Müller [4]) gibt Quarzglas bei 1000° langsam ein kohlenstoffhaltiges Gas ab.

---

[1]) T'sai, Liu Shen und Hogness, T. R., Journ. phys. chem. **36**, 2595, 1932; Burton, E. F., Braaten, E. O. und Wilhelm, J. O., Canada Journ. Res. 8, 463, 1933; Barrer, R. M., Journ. chem. Soc. 1934, S. 378.

[2]) McLennan, J. C. und Wilhelm, J. O., Trans. Roy. Soc. Canada **26**, Sect. III, 119, 1932.

[3]) Lord Rayleigh, Proc. Roy. Soc. London (A) **156**, 350, 1936.

[4]) Biltz, W. und Müller, H., ZS. f. anorg. Chem. **163**, 297, 1927.

Der elektrische Widerstand von Quarzglas ist als Funktion der Temperatur in Abb. 48, S. 192 dargestellt.

Quarzschalen, in denen starke Radiumpräparate aufbewahrt wurden, zeigten eine viel schwächere Verfärbung als Glasgeräte, jedoch unzählige feine Sprünge an der inneren Oberfläche, zum Teil direkte Abschälungen [1]).

In der Herstellung von spannungs- und schlierenfreiem Quarzglas für optische Zwecke (Prismen und Linsen) hat man neuerdings große Fortschritte gemacht. Quarzglas ist für Ultraviolett fast ebenso durchlässig wie kristallinischer Quarz. Erst bei 1850 Å absorbieren 3 cm dicke Platten stärker als gleich dicke Kristallplatten [2]).

3 μ dicke Quarzglashäutchen sind nach Terrien [3]) bis $\lambda = 1460$ Å durchlässig. — Im Ultrarot liegt bei 2,73 μ eine Absorptionsbande, die bei 5 mm Dicke der Platte 75 % der Strahlung absorbiert (und vielleicht dem okkludierten CO_2 zuzuordnen ist).

Quarzfäden von 0,1 bis 0,3 mm Dicke sind ein ausgezeichnetes Konstruktionsmaterial für Gehänge von Drehwaagen, Waagebalken usw., deren „Fachwerk“ man durch Verkitten der Einzelstücke mit Chlorsilber herstellt. Dazu befestigt man ein einige Zentimeter langes Stück Quarzfaden etwa an einem Glasröhrchen, um es bequem handhaben zu können. In einer wenige Millimeter großen „Mikroflamme“ (vgl. S. 30) macht man das Ende des Fadens glühend, taucht ihn in pulverförmiges Chlorsilber und schmilzt die haftenbleibenden Körnchen zu einem Kügelchen (von vielleicht $^1/_4$ mm^3 Inhalt). Die zu verbindenden Stücke werden auf einem Stück Asbestpappe ausgerichtet, mit einigen Glasstückchen in der richtigen Lage fixiert; dann berührt man die zu verbindende Stelle mit dem Chlorsilberkügelchen und dem Flämmchen. Sofort schmilzt (und glüht) das Chlorsilber, und die sehr haltbare Kittung ist fertig.

Feine Quarzfäden S. 126.

Elektroden in Entladungsröhren aus Quarz S. 53.

Bezugsquellen: Firmenverzeichnis Nr. 43, 93 und 121.

---

[1]) L. c. Fußnote 3, S. 22.

[2]) Lord Rayleigh, Proc. Opt. Conv. London 1, 41, 1926.

[3]) Terrien, J., Rev. d'Opt. 15, 258, 1936.

f) Glassorten. Wir verweisen auf die ausführlichen Abhandlungen von Eckert[1]) sowie von Gehlhoff und seinen Mitarbeitern[2]), ferner auf das oben (S. 1) erwähnte Werk von Espe und Knoll und die Druckschrift der Deutschen Edelstahlwerke (Tabelle der Eigenschaftswerte von 81 Glassorten). Für Laboratoriumszwecke, z. B. Herstellung von Entladungsrohren, sei neben dem „Jenaer Geräteglas" besonders das „Duranglas" von Schott & Gen. empfohlen, das dem in vielen amerikanischen Arbeiten gerühmten Pyrexglas (der Corning Glass Works in Corning, N. Y.) ebenbürtig sein dürfte. Es ist besonders widerstandsfähig gegen Zerbrechen und gegen schroffen Temperaturwechsel, muß allerdings in der Leuchtgas-Gebläseflamme mit etwas Sauerstoffzusatz geblasen werden.

Einschmelzen von Wolframdraht in Duranglas S. 52.

Der elektrische Widerstand eines Thüringer Glases ist als Funktion der Temperatur in Abb. 48, S. 192, dargestellt.

Nach Urry[3]) ist nicht nur Pyrexglas (also auch wohl Duranglas), sondern auch verschiedene andere Glassorten (z. B. das Jenaer Glas 16^{III}) etwas durchlässig für Helium, Neon und Wasserstoff.

Zur Aufbewahrung von Radium eignet sich Pyrexglas so wenig wie Quarzglas[4]).

Ein vorzügliches Platin-Einschmelzglas ist Nr. 397/III von Schott & Gen.

Von Glassorten, die ultraviolettes Licht bis zu kurzen Wellenlängen durchlassen, ist das Corexglas der Corningwerke zu nennen (3 mm dick, bis 2000 Å), das aber unbeständig gegen die Atmosphärilien ist. Einen wesentlichen Fortschritt dürfte das von A. Schleede und M. Wellmann aus 76% Borsäure, 18% Lithiumcarbonat und 6% Berylliumcarbonat erschmolzene Glas bedeuten (DRP. Nr. 537633), das sich leicht schleifen und polieren läßt, an der Luft nicht verwittert und bis 1900 Å durchlässig ist[5]).

---

[1]) Eckert, F., Jahrb. d. Radioakt. **20**, 93, 1923.

[2]) Gehlhoff, G. und Thomas, M., „Das Glas" in Gehlhoffs Handb. d. techn. Phys. **3**, Leipzig 1929; Fritz-Schmidt, M., Gehlhoff, G. und Thomas, M., ZS. f. techn. Phys. I: **6**, 544, 1925; II: **7**, 105, 1926; III: **7**, 260, 1926; IV: **11**, 289, 1930.

[3]) Urry, Wm. D., Journ. Amer. Chem. Soc. **54**, 3887, 1932.

[4]) Curtis, L. F., Nature **120**, 406, 1927.

[5]) Ziegler, W. und Wellmann, M., ZS. f. techn. Phys. **14**, 288, 1933; vgl. auch Heyne, G., S.-A. ZS. f. angew. Chem. **46**, 473, 1933.

„Lindemannglas", das sich durch geringe Absorption weicher Röntgenstrahlen auszeichnet, erhält man durch Zusammenschmelzen von

2,5	Gewichts-%	Berylliumoxyd BeO,
83,5	„	Lithiumborat $Li_2B_4O_7$,
14	„	Borsäure $H_2B_4O_7$

in einem Platintiegel. Alle Salze kristallwasserfrei gewogen. Das Glas muß gegen den Angriff der Atmosphäre durch Lackieren geschützt werden.

Hier sei erwähnt, daß aus der Schmelze gezogene Natriumfluoridkristalle bis 1320 Å, Lithiumfluorid sogar bis 1083 Å durchlässig sind [1]), also wesentlich weiter als der beste Flußspat.

Durch intensive Ultraviolettbestrahlung wird übrigens Lithiumfluorid (aus demselben Grunde wie Natriumchlorid) verfärbt.

Unter den zahlreichen neuen Werkstoffen aus verschiedenen **Kunstharzen** sei das Plexiglas erwähnt, das klar durchsichtig, verhältnismäßig hart, witterungsbeständig ist und sich gut schleifen und polieren läßt. Spez. Gewicht 1,18, Brechungsvermögen 1,49. Bezugsquelle: Röhm & Haas A.-G., Chem. Fabrik, Darmstadt.

Anhang: Einiges Laboratoriumsgerät

Für viele Zwecke gut zu brauchen ist ein „Fön", d. i. ein kleines Schleudergebläse, das auch Luft von 60 bis 80° liefern kann. Wenn man an einer fertig aufgebauten Glasapparatur eine große Kittung öffnen oder reparieren muß, wenn man eine sensibilisierte Platte oder einen frisch versilberten Spiegel rasch trocknen will und in zahlreichen anderen Fällen wird man sich seiner gern bedienen.

Gleichfalls sehr erwünscht sind die Binokularmikroskope, die bei großem Objektabstand 3- bis 7fach vergrößerte, aufrechte Bilder liefern, z. B. das Modell von Leitz. Man verwendet sie nicht nur zur vorläufigen Durchmusterung eines Negativs, sondern auch bei der Ausführung einer feinen Lötung, Beschriftung usw., die unter einer Lupe nicht ausgeführt werden könnten. Im allgemeinen

---

[1]) Melvin, E. H., Phys. Rev. **37**, 1230, 1931. — Herstellung von LiF-Kristallen bis zu 7 cm Durchmesser: Stockbarger, D. C., Rev. Scient. Instr. 7, 133, 1936.

geht man übrigens immer mehr dazu über, kleine Arbeitsfelder nicht durch eine Lupe oder ein (schwach vergrößerndes) Mikroskop zu betrachten, sondern vergrößert zu projizieren.

Bei allen Vakuumarbeiten haben sich die medizinischen, unter verschiedenen Namen („Pansanitor", „Wapa-Strahler") im Handel befindlichen Hochfrequenzapparate vorzüglich bewährt. Wenn man mit der Elektrode die Pumpleitung berührt, erhält man aus der Leuchterscheinung sofort einen Überblick über die Höhe des Vakuums und den Gasinhalt (Luft oder frei gewordene Kohlenwasserstoffe). Neuerdings liefern Leybold und Pfeiffer (Firmenverzeichnis Nr. 66 und 85) solche Geräte.

Für feine Lötungen (z. B. von Thermoelementdrähten) sehr geeignet ist ein elektrisch geheizter Lötkolben von Bleistiftform, den man aus einem Porzellanrohr herstellt, in das man einen meißelförmig zugefeilten, mit der Heizwicklung versehenen Kupferdraht (3 bis 4 cm lang, 3 bis 5 mm dick) einkittet.

Alle kleineren Kittungen usw. führt man am besten mit einer „Mikroflamme" („Lenardsches Flämmchen") aus: einer Gasflamme, die aus dem zugespitzten Ende eines Glasrohres brennt. Man stelle sich mehrere solche Rohre her, die Flammen von 5 bis 50 mm Länge liefern. Wenn man die richtige Form der feinen Öffnungen gefunden hat (steile Verjüngung des Lumens), sehen diese Flammen wie stark verkleinerte Gebläseflammen aus.

Wenn man sich eine feine Pinzette auf dem Ölstein so zuschleift, daß sie wirklich ganz an der Spitze klemmt (Kontrolle mit dem Binokularmikroskop!), wird man sich besonders beim Arbeiten mit feinen Drähten und Folien viel Mühe ersparen.

Zum vorübergehenden Festhalten eines kleinen Werkstückes sind viel praktischer als die meist verwendeten „Stielkloben" die chirurgischen „Arterienklemmen" und „Schieber".

Zur bequemen Hantierung mit kurzen, dünnen (50 μ) Stäbchen aus sehr zerbrechlichem Material baute E. Duhme eine „Saugpinzette": Ein Röhrchen mit enger, spaltförmiger Öffnung, durch das Luft gesaugt wird. Ein angesaugtes Stäbchen legt sich richtig in die Öffnung und wird festgehalten, beim Absperren der Saugluft (Nachlassen des Fingerdruckes auf einen Knopf am Griff der Pinzette) wird es wieder losgelassen[1]).

---

[1]) Nach freundl. privater Mitteilung von Herrn Prof. Gerdien.

Das beste Reinigungsmittel für Glasapparate ist Chromschwefelsäure. Diese stellt man durch Auflösen von etwas (pulverisiertem) Kaliumbichromat oder Chromsäure in konzentrierter Schwefelsäure her (etwa 10 g pro Liter). Die dunkelbraune Flüssigkeit ist ein außerordentlich aggressives Reinigungsmittel; sie wirkt kräftig oxydierend und färbt sich dabei grün. Man kann sie wiederholt verwenden (bis sie sich grün gefärbt hat). Bei der Mischung mit Wasser wird sie sehr heiß, daher Vorsicht beim Eingießen in feuchte Gefäße! (Verwendet man statt der konzentrierten Säure verdünnte, etwa Akkumulatorensäure, so erhält man statt der braunen eine hellrote Lösung, die bei weitem nicht so wirksam ist.)

Bei magnetischen Messungen (Suszeptibilität von Wasser) zeigt sich übrigens, daß minimale Spuren von Chrom hartnäckig von der Glaswand festgehalten werden.

Phosphorpentoxyd (P_2O_5, wasserfreie Phosphorsäure, Phosphorsäureanhydrid) ist das stärkste Trocknungsmittel, das wir kennen. Ein Gas, das mit einer Geschwindigkeit von 2 Liter pro Stunde über 25 cm^3 P_2O_5 in einer Trockenröhre geleitet wurde, enthielt weniger als 1 mg Wasser auf 40000 Liter! Das P_2O_5 trocknet auch noch, wenn es bereits feucht aussieht. Es soll frei von niederen Oxyden sein und beim Zerlaufen keine braunroten Klümpchen hinterlassen. (Man kann es reinigen, indem man es in eine glühende Porzellanschale bringt, einen Sauerstoffstrom einleitet und umrührt.)

Das Einfüllen von P_2O_5 muß möglichst rasch geschehen, da das Pulver sehr bald zu adhärieren beginnt. Man bereitet eine Papierunterlage vor, ferner einen Blechtrichter und ein Stäbchen zum Durchstoßen des Trichterhalses und erwärmt die beiden letzteren, um sie von der anhaftenden Wasserhaut zu befreien. — Da sich das P_2O_5 bei der Lösung in Wasser stark erhitzt, muß man bei der Reinigung des Behälters vorsichtig sein. Am besten gießt man tropfenweise Alkohol ein, um das Wasser gewissermaßen stark verdünnt zuzuführen.

II. Löten, Schweißen, Kitten

1. Löten

Unter „Löten" versteht man ein Verkitten zweier Metallteile durch ein geschmolzenes Metall, das „Lot". Dessen Schmelzpunkt muß daher niedriger sein als der der zu verbindenden Metalle. Je nach der Schmelztemperatur des Lötmetalles unterscheidet man zwischen Weichlot (180 bis 250°, Blei-Zinnlegierungen) und Hartlot (600 bis 900°, Silberlegierungen, Messing, Gold).

Die Oxydation muß durch Reduktionsmittel, Flußmittel, verhindert werden. Als solche verwendet man zum Weichlöten mit Vorliebe Chlorzinklösung (Lötwasser), zum Hartlöten Borax.

a) Das Weichlöten. Als Lot dienen Blei-Zinnlegierungen von wechselnder Zusammensetzung (von Zinn mit wenigen Prozent Blei bis zu Blei mit wenigen Prozent Zinn). Am häufigsten wird die eutektische Legierung 64 Sn + 36 Pb verwandt, Schmelzpunkt 181°; zum Löten von Zinn kann man die schon bei 96° schmelzende Legierung 52 Bi + 32 Pb + 16 Sn oder 1 Sn + 1 Pb + 1 Cd (147°) gebrauchen (sehr empfehlenswert für alle „Mikrolötungen!).

Die zu lötende Stelle wird gereinigt (abgeschmirgelt, besser abgeschabt) und zur Verhinderung erneuter Oxydation mit dem reduzierenden Flußmittel bestrichen. Am wirksamsten ist Lötwasser, das aus 60 Gewichtsteilen Wasser, 30 Chlorzink und 10 Chlorammonium besteht. Das Lötwasser hat den Nachteil, die Metalle in der Nähe der Lötstelle im Laufe der Zeit durch Oxydation anzugreifen, unter Umständen zu zerstören. Dies ist weniger der Fall bei den sogenannten säurefreien Lötpasten, z. B. Fludor (Hersteller: Classen & Co., Berlin-Niederschönhausen, Kaiserin-Augusta-Straße 5). Auch Stearin oder Kolophonium kann zur Not als Reduzens benutzt werden. Die Lötstelle soll nach der Lötung sorgfältig abgewaschen werden.

Tinnol (in Metallwarenhandlungen erhältlich), eine Paste aus 90 Gewichtsteilen Metallpulver von 50% Zinn und 50% Blei, 8 Glycerin und 3 Chlorammonium, ist für kleine Lötungen (z. B. von Kupferdrähten) ausgezeichnet.

Die Festigkeit einer weichgelöteten Stelle ist naturgemäß nicht allzu groß. Sie soll ein Optimum besitzen, wenn die Lötung zwischen 250 und 350° ausgeführt wurde.

Aluminium ist so stark oxydabel, daß sich eine reine Al-Oberfläche sehr schnell mit einer (unsichtbaren) dünnen Haut von Al_2O_3 überzieht, die es vor weiterer Zerstörung schützt. Da die oben angegebenen Mittel nicht hinreichen, diese Haut zu reduzieren, läßt sich Aluminium nicht ohne weiteres löten. Geeignete Weichlote bringt z. B. Rostosky, Berlin, in den Handel (Firmenverzeichnis Nr. 96), unter der Bezeichnung „Firinit-Modellierlot" *N* (niedriger Schmelzpunkt) und *H* (höherer Schmelzpunkt). Ein Flußmittel wird nicht verwendet. Die Festigkeit dieser Lötungen ist noch kleiner als die mit Zinnlot gelöteter anderer Metalle, außerdem wird die Lötstelle aus elektrochemischen Gründen von Elektrolyten, auch schon von Wasser und feuchter Luft angegriffen und bei längerer Einwirkung zerstört. — Es kann auf diese Weise Aluminium sowohl mit Aluminium als auch mit Messing, Kupfer usw. verlötet werden.
Über das viel haltbarere Hartlöten von Aluminium siehe S. 34.

Magnesium und das magnesiumhaltige Elektronmetall lassen sich meines Wissens überhaupt nicht weichlöten.

Gußeisen, das sich nur schlecht verzinnt und lötet, soll man kräftig mit einer Messingdrahtbürste bearbeiten. Einige Mechaniker empfehlen, hier Stearin als Flußmittel zu verwenden.

Wolfram und Molybdän lassen sich nicht weichlöten. Hartlöten siehe S. 35.

Platin (auch Gold) bildet sehr leicht mit dem geschmolzenen Lötmetall eine graue, brüchige Legierung. Beim Anlöten von Platin soll daher die Temperatur nicht höher und die Erhitzungsdauer nicht größer als unbedingt erforderlich sein. Man lötet am sichersten mit einem kleinen Kolben.

Blei und Zinn schmelzen bei der Lötung leicht ab. Es empfiehlt sich daher das S. 32 angegebene Lot mit Wismut- bzw. Cadmiumzusatz, eventuell Woodsches Metall (S. 20). Als Flußmittel ist Fludor geeignet. Die „Bleifahnen" von Akkumulatorenbatterien werden ohne Lot verschmolzen, durch Joulesche Wärme oder mittels eines Knallgasgebläses.

b) Das Hartlöten. Diese Lötart wird angewandt, wo die geringe Festigkeit einer weichgelöteten Stelle unzulässig ist oder wo diese Temperaturen über 180° aushalten muß. Für Hartlot geeignete Kupfer-Silber-Zink-Legierungen („Silberlot", Schmelzpunkt 700 bis 800° C) bezieht man am einfachsten aus Metallwarenhandlungen. Ist für besondere Zwecke (Thermoelemente) der Schmelzpunkt des Hartlotes noch zu niedrig, so kann man reines Silber (961°) oder 24karätiges Gold (etwa 1060°) benutzen. Mit beiden läßt sich sehr gut löten. Die Lötung (wenigstens kleinerer Stücke) erfolgt in der Gebläseflamme bei heller Rotglut.

Wenn hartgelötete Metallteile im Vakuum „ausgeheizt" werden, verdampft das Zink aus dem Lot und bedeckt die kühleren Glasteile. Für solche Fälle empfiehlt sich ein Hartlot aus 72 % Silber und 28 % Kupfer, das bei 778° C schmilzt.

Als Flußmittel dient Borax, der, mit Wasser (nicht Speichel!) zu einem dünnen Brei verrührt, auf die (noch kalten) Lötstellen gestrichen wird. Borax bläht sich bekanntlich beim Erhitzen unter Wasserabgabe stark auf und kann dadurch unter Umständen zwei zum Verlöten aufeinandergestellte Metallstückchen verschieben. Man pflegt deshalb die Stücke durch herumgebundenen Eisendraht gegenseitig zu fixieren. Bei 880° schmilzt Borax zu einem Glas und das sehr dünnflüssige, silberglänzende Lot wird durch kapillare Kräfte weit in die Lötfuge hineingezogen. Diesen Vorgang kann man eventuell durch Reiben mit einem Eisendraht oder mit einem (abschmelzenden) Streifen Lötmetall unterstützen. — Nach dem Erkalten entfernt man das Boraxglas (das übrigens im Vakuum viel Gas abgibt!) durch Eintauchen des heißen Stückes in Wasser, durch vorsichtiges Hämmern oder durch Behandlung mit Salzsäure. Dem Borax vorzuziehen ist das von Dr. Th. Wieland, Gold- und Silberscheideanstalt, Pforzheim, in Handel gebrachte Hartlötwasser Fluoron. Es desoxydiert stärker und bläht beim Anwärmen kaum. Dazu ist es stets gebrauchsfertig und läßt das Silberlot sehr schön fließen.

Aluminium läßt sich nach den neuerdings entwickelten Verfahren fast so sicher und haltbar hartlöten wie Messing oder Kupfer. Das Lot besteht aus aluminiumreichen Legierungen (so daß die beim Weichlöten (S. 33) angeführten elektrochemischen Einwirkungen der Atmosphärilien wegfallen), das Flußmittel ent-

hält meist Lithiumchlorid. Empfehlenswert sind die Lote von Rostosky (Firmenverzeichnis Nr. 96). Die Lötung geschieht, wie oben für Silberlot angegeben, nur ist die Differenz der Schmelztemperaturen von Lot und zu lötendem Metall hier geringer, weshalb man vorsichtig sein muß, daß nicht letzteres schmilzt. — Die mechanische Festigkeit der Lötstelle ist sehr zufriedenstellend. Auch Kupfer, Messing und andere Metalle lassen sich so mit Aluminium verlöten. Eisen muß an der Lötstelle verzinnt, verzinkt oder verkupfert werden.

Molybdän und Wolfram können mittels Messing und viel Borax mit anderen Metallen hartverlötet werden.

Drähte unter 0,1 mm, wie sie für Thermoelemente gebraucht werden, würden beim Anbringen der Lötstellen in der Flamme verbrennen. a) Für solche Fälle hat sich eine Anordnung von Meyer[1]) gut bewährt (Abb. 9): Gegen eine horizontale, auf der Platte eines Tischchens befestigte Kohlemikrophonmembran *M* drückt von unten eine dünne, fein zugespitzte Bogenlampenkohle. Der Strom (110 Volt, 3 bis 4 Amp.) fließt unter Vorschaltung eines Widerstandes und eines Stromschlüssels von der Membran (+) zur Kohle (—) und erhitzt die Stelle, wo die Kohle die Membran berührt. Auf der Oberseite derselben entsteht ein glühender, scharf begrenzter Fleck von 1 bis 3 mm Durchmesser, der nach dem Erkalten als dunklere Stelle zu erkennen bleibt. Man kann daher die feinen Drähte in Ruhe auf der Membran so ausrichten, daß die Lötstelle gerade auf dem Fleck liegt, eine Spur Fluoron und Silber (bzw. Zinn und Lötwasser) aufbringen und dann durch Schluß des Stromes die Lötung ausführen. b) A. H. Pfund benutzt zum Weichlöten seiner Thermoelementlegierungen ein Glasstreifchen als Lötkolben. Die Methode, zu der er „nach vielen vergeblichen Versuchen" kam, ist in der Physikal. Zeitschr. **13**, 870, 1912 beschrieben.

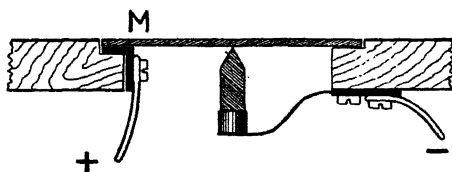



Abb. 9. Lötvorrichtung

---

[1]) Meyer, Fr., ZS. f. Fernmeldetechnik **1**, 13, 1920.

2. Schweißen

a) Platin in der Gebläseflamme schweißen. Zwei weißglühende Platinflächen lassen sich ohne weiteres durch Druck unlösbar miteinander vereinigen: „verschweißen". Da es sich im Laboratorium immer darum handeln wird, Platinstücke (Bleche, Drähte) von geringer Masse zu schweißen, ist es nicht ganz leicht, die Abkühlung zwischen der Erhitzung in der Flamme und dem vereinigenden Hammerschlag zu vermeiden. Wenn möglich, befestigt man die beiden Platinstücke zunächst provisorisch aneinander, zwei Drähte z. B., indem man sie verdrillt, Blech und Draht, indem man den Draht durch zwei Löcher in dem Blech steckt. Zwei Bleche baut man unter Zwischenlage einiger Tonstückchen „Tonteller", unglasiertes Porzellan) in richtiger gegenseitiger Stellung wenige Millimeter über der Fläche eines Ambosses auf, erhitzt mit kleiner, tangential über die Fläche streifender Gebläseflamme und führt, wenn die Schweißstelle weißglühend ist, einen schwachen Schlag mit einem leichten Hammer aus. Haften die Stücke erst aneinander, so kann man das eine mit der Pinzette fassen und die Schweißstelle besser bearbeiten.

b) Lichtbogenschweißung. (Im Laboratorium besonders geeignet zur Verbindung dickerer Drähte.) Die beiden zu verschweißenden Stücke bilden den + Pol der Lichtleitung, eine dünne Bogenlampenkohle den — Pol. Kurzschlußstromstärke etwa 6 Amp. Man berührt mit der Kohle die zu verbindende Stelle und drückt die hell glühenden Drähte zusammen. Dauer der Schweißung: wenige Sekunden.

Will man auf diese Weise Wolfram mit Chromeisen oder Kupfer verschweißen, so erhitze man das Wolfram wesentlich stärker als das zweite Metall. Allerdings wird Wolfram dadurch brüchig. Technisch durchkonstruierte Anlagen, bei denen die Schweißung in einer Wasserstoffatmosphäre erfolgt, siehe *Espe-Knoll.*

c) Bei der **„Punkt- bzw. Nahtschweißung"** wird die Joulesche Wärme zur Verschweißung einer Stelle von wenigen Quadratmillimetern verwendet. Dieses Verfahren ist in den letzten Jahren im Laboratorium fast unentbehrlich geworden, besonders für den Bau der Elektrodenanordnung von Vakuumröhren: dünne Bleche oder Drähte aus Wolfram, Molybdän, Nickel, Kupfer, Platin und vielen anderen Metallen lassen sich in Bruchteilen von Sekunden haltbar, hitzebeständig und ohne fremde Substanzen, wie Lötfett,

die das Vakuum durch Gasabgabe verschlechtern würden, aneinander befestigen. Ein in unserem Institut gebautes Gerät besteht aus einem Transformator, dessen Primärwicklung über einen Schiebewiderstand und einen Fußausschalter mit dem Netz

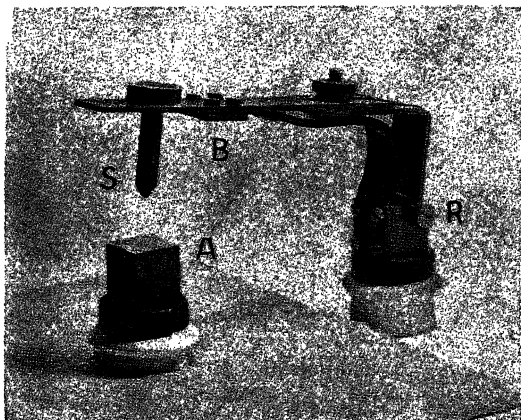



Abb. 10. Die Elektroden einer Punktschweißanlage

(220 Volt) verbunden ist. Die Sekundärwicklung hat nur einige Windungen (etwa 50 mm² Querschnitt); Übersetzungsverhältnis etwa 220/6. Die Anordnung der Elektroden *A* und *B* zeigt Abb. 10. *A* ist ein Kupferblock (2 × 2 cm²), der als Unterlage dient. *B* hat bei *R* ein Gelenk, der Strom wird durch Kupferbänder zu dem Kupferstift *S* geführt. Die zu schweißenden Gegenstände werden (zur Desoxydation) mit Alkohol benetzt, auf *A* in die richtige Lage gebracht, dann setzt man *S* mit mäßigem Druck auf und schweißt, indem man mit dem Fuß den Primärstrom etwa $^1/_2$ sec lang schließt. Der Druck darf nicht zu stark und nicht zu schwach sein: Im ersten Fall ist der Übergangswiderstand zu klein, im zweiten gibt es eine Feuererscheinung zwischen den Elektroden und die Schweißung mißlingt auch. Richtiger Druck etwa 200 g/mm². Man sieht dabei kaum, daß die Schweißstelle glüht. Der Primärstrom ist 8 bis 13 Amp. (also der Sekundärstrom 300 bis 400 Amp.!).

Gut lassen sich solche Metalle verschweißen, deren Schmelzpunkt, spez. Widerstand und Wärmeleitvermögen nahe beieinanderliegen, z. B. Nickel und Eisen. Außerdem nimmt die Schweißbarkeit von

Metallen mit zunehmendem Schmelzpunkt ab. — Tantal schweißt man unter einer Schutzflüssigkeit, z. B. Tetrachlorkohlenstoff, Molybdän-Wolfram in einer Schutzatmosphäre (Wasserstoff). Molybdän-Tantal läßt sich äußerst schwer verschweißen, am besten mittels der auch sonst gerne benutzten Stromtorschaltung (Schweißzeit $< 0{,}01$ sec).

10

Literatur über technische Anlagen: A. I. Neumann, „Elektr. Widerstandsschweißung und Erwärmung", Berlin 1927; E. R. Ruck, AEG.-Mitteilungen 1933, S. 12; Fr. Hoch, Elektroschweißung 8, 21, 1937. — Legierungen für Elektroden: Firmenverzeichnis Nr. 23.

d) Wenn dünne Drähte auf der Stirnseite aufeinandergeschweißt werden sollen, benutzt man besser das von Zdralek und Wrana[1]) beschriebene Verfahren mit **Kondensatorentladungen,** das sich bei Drähten aus Kupfer, Eisen, Aluminium, Konstantan und Nickelin mit Durchmessern von 0,1 bis 0,5 mm bewährte. Man verwendet Trockenelektrolyt-Kondensatoren (775 μF) und soviel Widerstand (1,3 Ω) im Schließungskreis, daß die Entladung aperiodisch erfolgt. Die Spannung ist für 0,2 mm Drahtstärke 50 bis 70 Volt, für 0,5 mm 190 bis 210 Volt. Für noch dünnere Drähte muß man mit der Kapazität, nicht mit der Spannung heruntergehen.

e) Erwähnt sei das im Laboratorium seltener benutzte Schweißen mit **atomarem Wasserstoff.** In einem Wasserstoffstrom, der durch einen zwischen Wolframelektroden brennenden Lichtbogen geblasen wird, dissoziieren die H_2-Moleküle. Sie rekombinieren unter großer Wärmeentwicklung, wenn sie auf das zu schweißende Metall treffen (Langmuir). Der Vorzug des als „Arcatom"-Verfahren technisch angewandten Verfahrens besteht in der energischen Reduktionswirkung des atomaren Wasserstoffes, ein Nachteil ist die hohe Zündspannung (etwa 400 Volt). Der (Wechselstrom-) Bogen brennt mit 20 bis 60 Amp. bei 60 bis 100 Volt.

3. Kitten

Von der sehr großen Zahl der in der Industrie verwendeten Kitte[2]) werden im Laboratorium des Physikers nur einige wenige benutzt, und zwar scheint hier die Technik im letzten Jahrzehnt keine

---

[1]) Zdralek, O. und Wrana, J., E. T. Z. **56**, 579, 991, 1935.
[2]) Viele Rezepte von Kitten finden sich bei Tede, A., Kitte und Klebstoffe, Augsburg (Ziolkowsky) 1932.

wesentlichen Fortschritte gemacht zu haben. Das wichtigste Anwendungsgebiet der Kitte ist die physikalische Vakuumtechnik. Kitte, die hierfür besonders in Betracht kommen, sind im folgenden durch (*V*) bezeichnet. Über ihre besondere Eignung hierfür vgl. S. 84.

a) **Wachs-Kolophoniumkitt** bereitet man durch Zusammenschmelzen gleicher Gewichtsteile von Kolophonium und gelbem Bienenwachs (in einer eisernen Pfanne). Zweckmäßig wird der Kitt kurz ehe er erstarrt auf eine kalte, etwas eingefettete Eisenplatte gegossen. Er wird bei etwa 55° dünnflüssig und erstarrt bei etwa 47°. Von Wasser wird er nicht merklich, von Alkohol etwas angegriffen. Besonders eignet er sich dazu, Einzelteile eines Aufbaues provisorisch, aber starr miteinander zu verbinden, z. B. ein Metallstativ auf einem Holzklotz: Man schmelze dazu Kitt in einem Löffel und gieße an jede Ecke des Stativs einige Tropfen. War der Kitt beim Aufgießen nicht mehr sehr heiß, so schmilzt man ihn an Ort und Stelle nochmals mit einem Lötkolben oder einem anderen geeigneten Metallstück (Schraubenzieher) oder besser mit einer „Mikroflamme". Getrennt wird die Verbindung später durch einen kräftigen tangentialen Schlag mit einem leichten Hammer. Lösungsmittel: Eine Mischung aus Tetrachlorkohlenstoff und Spiritus.

b) **Piceïn** (*V*) ist ein von der New York-Hamburger Gummiwaren Co. (Hamburg 33, Hufnerstraße 30) hergestellter, von Walter[1]) empfohlener Kitt. Derselbe wird bei etwa 50° plastisch, bei 70 bis 80° flüssig. Er ist tiefschwarz, wird von Wasser und Alkohol nicht merklich angegriffen, von Benzin, Benzol und Terpentinöl leicht gelöst. Piceïn besitzt eine große Klebkraft, auch bei Zimmertemperatur noch etwas Plastizität, außerdem ist es ein guter Isolator. — 1 kg Piceïn (etwa 15 Stangen) kostet 4 *RM*.

Geschmolzenes Piceïn ist mit wasserfreiem Lanolin („adeps lanae") mischbar. Der Erweichungspunkt dieser Mischungen sinkt mit zunehmendem Lanolingehalt. Ein Vorzug dieses Gemisches ist, daß man nicht (wie für die härteren Kitte S. 41 angegeben) die zu verkittenden Teile zunächst erhitzen muß, es genügt vielmehr das Aufschmelzen der Masse mit einer Mikroflamme.

---

[1]) Walter, B., Ann. d. Phys. **18**, 860, 1905.

c) **Siegellack.** (*V*). Besonders empfehlenswert sind die von der Firma J. G. R. Lilliendahl, Neudietendorf (Thür.), hergestellten weißen „Kittlacke", z. B. die Sorte Nr. 849a (Preis: 1 kg 12,40 *RM*). Der Kitt ist bei Zimmertemperatur etwas plastisch (eine nur an den Enden unterstützte Stange biegt sich allmählich durch), er erweicht bei etwa 70° und ist bei etwa 100° flüssig. Die mechanische Festigkeit ist bei gleicher Temperatur (in der Nähe des Erweichungspunktes) etwas größer als die von Piceïn. — Lösungsmittel: Spiritus.

d) **Apiezonwachs W.** (*V*), zu beziehen von E. Leybolds Nachf., Köln-Bayental, Bonner Straße 500 (1 kg 8,40 *RM*), ist in der Verarbeitung sehr ähnlich dem Piceïn. Sein Erweichungspunkt liegt 10 bis 20° höher. Es wird vor allem in der Vakuumtechnik angewandt, da sein Dampfdruck bedeutend niedriger ist als der aller anderen Schmelzkitte.
Renninger [1]) empfiehlt an Stelle der oben angegebenen Piceïn-Lanolingemische Mischungen von Apiezonwachs W mit Apiezonfett M. Diese Kitte haben ähnliche Vorzüge wie Piceïn-Lanolin (starke Klebkraft, blanke Oberfläche nach der Abkühlung), jedoch einen wesentlich niedrigeren Dampfdruck wie jene.

e) **Dekhotinsky cement** (Kotinsky Wax) ist ein in vielen ausländischen Arbeiten erwähnter amerikanischer Harzkitt. Er kommt in drei Qualitäten — weich, mittel, hart — in Handel, ist braun bis schwarz gefärbt und ähnelt im Aussehen dem Schellack oder Marineleim. Beim Erwärmen verbreitet er carbolähnlichen Geruch. Auf Glas und Metall haftet er fester wie Piceïn und Siegellack. Erweichungstemperatur: „weich" 60°, „mittel" 70°, „hart" 80°. (Bezugsquelle: Arthur Thoma Company, West-Washington-Square, Philadelphia, Pennsylvania).

f) Verrühren von vorsichtig geschmolzenem Schellack mit etwa 10% Cassia- oder Olivenöl gibt nach Ostwald-Luther einen langsam erstarrenden, sehr zähen Kitt [2]).
Im Journ. Scient. Instr. 4, 235, 1927 wurde die folgende Kittmasse empfohlen, die bei geringerer Sprödigkeit als Schellack besser als dieser haftet: 50 Teile Schellack, 5 Teile Holzkreosot, 2 Teile

---

[1]) Renninger, M., ZS. f. Instrkde. 58, 286, 1938.
[2]) Nach Ostwald-Luther, Handb. z. Ausführ. physico-chem. Messungen, 5. Aufl., Leipzig 1931.

Terpentinöl, 1 Teil Ammoniak. Langsam erhitzen, bis alles geschmolzen, kräftig rühren, um die Masse homogen zu machen, Stäbe gießen.

Zur Ausführung einer Kittung mit den beschriebenen Stoffen sind die gelieferten Stangen (besonders Picein) zu dick. Man erwärmt deshalb zunächst eine Kittstange vorsichtig über dem Bunsenbrenner, bis sie weich geworden ist, und zieht sie zu Stücken von Bleistift- bis Stricknadeldicke aus. — Die zu verbindenden Teile der Apparatur müssen zuerst (!)

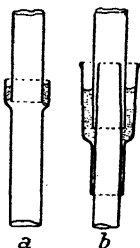



Abb. 11. Stehende Ringkittung

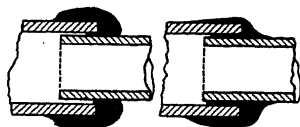



Abb. 12. Links eine schlecht, rechts eine gut ausgeführte Kittung

bis über den Schmelzpunkt des Kittes erwärmt werden. Dazu legt man sie entweder auf ein dickes Blech, unter dem in ziemlich großem Abstand eine Flamme brennt, oder man bestreicht sie von allen Seiten mit einer kleinen Flamme (Mikroflamme S. 30; Handgebläse S. 49; Fön S. 29). Von Zeit zu Zeit prüft man durch Berühren mit einem kalten Kittstäbchen, ob die Temperatur genügend hoch gestiegen ist. Wenn dieses schmilzt, „bemalt" man die Kittstelle damit oder läßt den Kitt in die Fuge zwischen den beiden Teilen (z. B. zwei ineinandersteckenden Glasrohren, Abb. 11) hineinlaufen. Ist die Fläche mit Kitt „bemalt", so darf man mit der Flamme nachhelfen, indem man die Spitze des Kittstäbchens selbst verflüssigt. Bildet sich dabei bei einer horizontal liegenden Kittung an der Unterseite ein Tropfen, so darf man ihn mit dem befeuchteten Finger verteilen. Bei Vakuumarbeiten empfiehlt es sich, die Oberfläche der vollständig erkalteten Kittstelle nochmals kurz mit der Flamme zu verflüssigen.

Abb. 12 zeigt links den Rand einer mangelhaften Kittstelle, deren Dichtigkeit fraglich ist, rechts den Rand einer richtig hergestellten Kittstelle.

g) Klebwachs dient zum vorübergehenden Anheften leichter Gegenstände. Es ist eine Mischung von 100 Teilen Wachs, 5 Teilen

venetianischem Terpentin und eventuell, um es noch weicher zu machen, etwas Maschinenöl. — Bezugsquelle: Wachswarenfabrik J. Gautsch A.-G., München 2 NW, Nymphenburger Straße 3.

h) Silberchlorid. AgCl schmilzt bei 455° zu einer leicht beweglichen Flüssigkeit, die zu einer hornartigen, an Glas, Quarz und Metall festhaftenden, weder in Wasser, Alkohol, Benzol noch in Säuren löslichen Masse erstarrt [1]). Von „Fixiernatron", Natriumthiosulfat, wird es allmählich gelöst. Wegen der hohen Temperatur ist die Gefahr des Springens beim Anwärmen und auch nach dem Erkalten erheblich größer als etwa bei Siegellack oder Piceïn (vgl. S. 27, auch S. 55).
Eine Mischung von 27,2 g Thalliumchlorid ($TlCl_3$) mit 18,2 g AgCl schmilzt bei 210° und soll [nach Mönch [2])] abgeschreckt vakuumdicht sein.

i) Eine leicht schmelzende **Legierung**, die an Glas und an Metall gut haftet, stellt man nach Rawson [3]) durch Zusammenschmelzen von 40 Teilen Wismut, 25 Teilen Blei, 15 Teilen Quecksilber, 10 Teilen Zinn und 10 Teilen Cadmium her.

k) **„Rollermasse"** ist eine in Reproduktionsanstalten gebrauchte elastische Gallertmasse, die bei etwa 90° schmilzt, nach dem Erstarren bei Zimmertemperatur jedoch plastisch bleibt und deshalb besonders zum vollkommen spannungsfreien Aufkitten von Fenstern bei Polarisationsversuchen geeignet ist. Sie ist löslich in Wasser, unlöslich in Alkohol, Öl, Äther und Schwefelkohlenstoff [4]). Eine ähnliche Masse stellt man her, indem man 20 g Tischlerleim in 75 g heißen Wassers auflöst und dann 100 cm^3 Glycerin zusetzt.

l) Die folgende Vorschrift für eine „ätherfeste Schmiere" stammt von Kapsenberg [5]): 25 bis 30 g Dextrin puriss. werden in einer Porzellanschale mit 35 cm^3 konz. Glycerin (das allmählich zugegeben wird) verrieben. Man erwärmt kräftig unter Umrühren mit einem Glasstab über der Flamme. Es bildet sich eine durchsichtige, honigartige Flüssigkeit, die man zweimal kurz, bis zum

---

[1]) Vgl. Ramsperger, H. C., Rev. Scient. Instr. 2, 738, 1931.
[2]) Vgl. Fußnote 1, S. 75.
[3]) Rawson, W., Soc. Chem. Ind. 9, 151, 1890.
[4]) Tauern, O. D., Diss. Freiburg 1909; Lyon, N., Ann. d. Phys. 46, 762, 1915.
[5]) Kapsenberg, G., Chem. Weekblad 34, 403, 1937.

kräftigen Schäumen, zum Aufkochen bringt, und filtriert die heiße Flüssigkeit durch Watte. Nach dem Erkalten ist das Produkt, das in einer Flasche mit Glasstöpsel aufbewahrt werden muß, weil es hygroskopisch ist, zäher als Vaseline.

Emaille als Kitt siehe S. 55.

4. Klebmittel

Für den Bedarf des Physikers dürften besonders die folgenden Klebstoffe in Betracht kommen: Der gewöhnliche Tischlerleim (vgl. S. 46). „Kaltleim", ein Kaseinprodukt, und „Kauritleim", ein wasserfreies Erzeugnis aus Kunstharz, dessen Klebefähigkeit durch nachträgliches Befeuchten nicht wesentlich verringert wird [1]). — Ferner seien erwähnt:

Die bekannte Paragummilösung, die nach dem Verdunsten des Lösungsmittels eine Gummihaut hinterläßt. Durch Bepinseln mit Chlorschwefel (Schwefelchlorür, S_2Cl_2, entwickelt stark reizende Dämpfe!), den man im Verhältnis 1:20 mit Schwefelkohlenstoff mischt, kann die Gummihaut vulkanisiert und dadurch haltbarer gemacht werden. Überschüssiges S_2Cl_2 wird durch Abwaschen mit Wasser entfernt, wobei SO_2, HCl und S gebildet wird. Um die schädigende Wirkung der gebildeten Säuren auf den gekitteten Gegenstand zu verhindern, setzt man dem Spülwasser 1 bis 2% Natronlauge zu.

Eine dickflüssige Lösung von Celluloidschnitzeln in Aceton. Sie ist natürlich in erster Linie zum Verkleben von Celluloid geeignet, kittet aber auch Porzellan und anderes Material. Der Celluloidüberzug haftet sehr fest, besonders wenn man die Flächen mit Aceton abgerieben hat.

Eine starke Lösung von Blätterschellack in Alkohol oder in Aceton. Sie eignet sich zum Dichten feiner Poren bei Vakuumarbeiten, auch zum Ankitten von Quarzfäden usw., ferner zur Verbesserung der durch Oberflächenleitfähigkeit bedingten mangelhaften Isolation von Glas- und Hartgummistützen. Für den letzteren Zweck soll der Alkohol so wasserfrei wie irgend möglich sein.

Bakelit, ein Kondensationsprodukt aus Carbolsäure und Formaldehyd, kommt in drei Modifikationen, *A*, *B* und *C*, vor. *A* ist entweder eine zähe braune Flüssigkeit von carbolähnlichem

---

[1]) Vgl. H. Klemm, Diss. Techn. Hochschule Stuttgart 1937.

Geruch oder ein kolophoniumähnliches Harz, das bei höherer Temperatur schmilzt. Durch längeres Erwärmen geht die Modifikation *A* in *B* und zuletzt in *C* über, und zwar bei einigen Qualitäten unter Gasentwicklung (die durch äußeren Überdruck während des Erwärmens verhindert wird). *B* ist in der Wärme gummiartig-plastisch, *C* dagegen unschmelzbar, bis es bei einer Temperatursteigerung auf über 300° verkohlt. Das Bakelit *C* ist von hoher Widerstandsfähigkeit gegen heißes Wasser, verdünnte Säuren und Alkalien, außerdem ein guter Isolator. Man kann also z. B. Holz, Metall, Papier, Drahtwicklungen usw. mit flüssigem Bakelit *A* bestreichen oder eventuell imprägnieren und erhält nach dem Erwärmen Oberflächenschichten von hoher Widerstandsfähigkeit gegen erhöhte Temperatur und Chemikalien.

Bezugsquelle: Bakelite-Ges. m. b. H. in Erkner bei Berlin.

Von den vielen vorzüglichen, im Handel befindlichen Lacken erwähnen wir die Erzeugnisse der Cellon-Werke Berlin-Charlottenburg 1, Tegeler Weg 28. Die folgende Tabelle gibt die Eigenschaften der Cellon-Lackschichten dieser Firma.

Messung	Lacksorte				
	A. J. D.	H. 15	A. J. 3	R	R. S. P.
Durchschlagsfestigkeit*) (K.V./0,1 mm)	3,5—4,5	4,5—6,5	5—7	6—8	12—17
Oberflächenwiderstand*) (Megohm)	2000—150000		> 6000	(∞)	(∞)
Isolationswiderstand*) (Megohm)	4000—800000		> 6000	(∞)	(∞)
Verlustwinkel tg δ*)	0,1—0,04		0,07—0,02		0,002—0,004
Wärmebeständigkeit (° C)	40—50	60—70	75—85	150—190	80—100
Mechanisches Verhalten	weich plastisch	mittelweich, elastisch	mittelhart, elastisch	hart, elastisch	hart, wenig elastisch
Dehnung (%)	40—50	20—30	15—20	8—15	4—8

*) Die niedrigsten Zahlen entsprechen jeweils den nach mehrtägigem Wässern der Lackschichten erhaltenen Werten.

5. Kalt anzuwendende, irreversible Kitte

Diese sind bei vielen Gelegenheiten, wo es sich um Beständigkeit bei hohen Temperaturen oder gegen Säuren und Basen, um größere mechanische Festigkeit usw. handelt, anzuwenden. Für Vakuumdichtungen sind sie nach meinen Erfahrungen sämtlich nicht geeignet.

a) Glycerin-Bleiglättekitt. Etwas Bleioxyd (PbO), das man als gelbes, schweres Pulver bezieht, wird auf einem Eisenblech einige Minuten auf 200 bis 400° erhitzt und nach dem Erkalten mit dickflüssigem Glycerin zu einem dicken Brei angerührt. Der Kitt erstarrt in einer halben Stunde (Bildung von Bleiglyceriden), hält bis 260° aus, ist bei nicht zu langer Einwirkung unempfindlich gegen Wasser, die meisten Säuren, alle Alkalien und Chlordämpfe. Die zu kittenden Flächen (Holz, Metall, Glas, Porzellan) werden vorher mit reinem Glycerin bestrichen.

12

b) Wasserglas-Talkumkitt. Wasserglas (Natriumsilikatlösung) bildet mit den Oxyden von Ca, Mg, Zn, Pb, Fe oder mit Carbonaten (z. B. Schlämmkreide) in wenigen Stunden steinharte Massen (Doppelsilikate), die gegen viele chemische Einflüsse und gegen kurze Einwirkung von Wasser widerstandsfähig sind. Verreibt man Talkum (Specksteinpulver) mit dickflüssigem Wasserglas zu einem dicken Brei, so erhält man einen Kitt, der dauernd Glühtemperatur aushält und, im Gegensatz zu den unter 3. angeführten, in flüssiger Luft nicht von Glas abspringt.

c) Zinkoxychlorid-Kitt. Dieser Kitt erstarrt in wenigen Minuten und übertrifft die vorhergenannten durch seine Härte. Es lassen sich z. B. kleine Gegenstände aus ihm formen, die sogar nachträglich poliert werden können. Man stellt ihn durch Mischen einer etwa 60%igen Chlorzinklösung mit fein gepulvertem carbonatfreien Zinkoxyd her. Zinkoxyd bildet an der Luft allmählich Carbonat. Um es davon und von Feuchtigkeit zu befreien, glüht man es besser vor der Verwendung aus. Bezugsquelle der Chemikalien: Schering-Kahlbaum „für zahntechnische Zwecke".

d) Hohe Temperaturen (bis 1600°) hält eine Mischung von **Kaolin** mit 10% **Borax** aus, die man mit Wasser oder mit Leinölfirnis zu

einem steifen Brei verrührt, auf der Kittstelle eintrocknen läßt und dann langsam bis auf helle Glut erhitzt [1]).

e) Als **Gelatinekitt** kann man heißen, dicken Tischlerleim bezeichnen, der nicht nur an Holz, sondern auch an Hartgummi, aufgerauhtem Metall usw. vorzüglich adhäriert. Seine spätere Löslichkeit in warmem Wasser kann man beseitigen, wenn man einige Prozente gesättigter Kaliumbichromatlösung hinzufügt und die (getrocknete) Kittstelle einige Zeit dem Tageslicht aussetzt. Der Kitt eignet sich besonders zur behelfsmäßigen Herstellung von Trögen, die mit Schwefelkohlenstoff gefüllt werden sollen.

f) **Gips** haftet besser und wird härter, wenn man dem Wasser, mit dem man ihn anrührt, 2 bis 3% Leim oder Gelatine und 1% Ammoniakalaun zusetzt.

Eine Tabelle der Eigenschaften der neun bekanntesten „Röhren-Sockelkitte“ findet sich bei „*Espe-Knoll*“.

---

[1]) Nach Ostwald-Luther, vgl. Fußnote 2, S. 40.

III. Bearbeitung von Glas

1. Glas blasen

Die für den Experimentalphysiker so unentbehrliche Kunst des Glasblasens läßt sich wohl kaum anders als durch eigene Anschauung und praktische Übung erlernen. Da verschiedene, mit vielen Abbildungen geschmückte Abhandlungen[1]) über diese Materie existieren, beschränken wir uns darauf, die wichtigsten Punkte, die erfahrungsgemäß vom Anfänger häufig nicht beachtet werden, hervorzuheben in der Annahme, daß der Leser zum mindesten schon Gelegenheit hatte, einen Glasbläser bei der Arbeit zu beobachten. — Am besten lernt man die Technik, wie sie der Physiker braucht (Metall-Einschmelzen usw.), durch Beteiligung an einem der Ferienkurse der „Thüringischen Landesfachschule für Glasinstrumententechnik" in Ilmenau.

Glasblasetisch und Stuhl sollen so hoch sein, daß man bei der Arbeit an der Lampe die Ellbogen aufstützen kann, und der Tisch muß an einem nicht zu stark beleuchteten und zugfreien Platz stehen. Die sogenannten „Wassertrommelgebläse", bei denen die von einer Wasserstrahlpumpe mitgerissene Luft in einer Wulffschen Flasche komprimiert wird, sind zwar sehr bequem, fördern aber für die größten Flammen manchmal ungenügende Luftmengen: Braucht man (vorübergehend) viel Luft, so läuft die Wulffsche Flasche voll, und das Wasser spritzt durch die Flamme. Man muß daher beim Arbeiten die Flasche etwas im Auge behalten.

Der Anfänger möge daran erinnert werden, daß man ein Glasrohr in der Flamme ständig drehen muß. Er unterläßt dies meist, während er z. B. die Gebläselampe anders einstellt usw. Weiter, daß man ein Rohr zunächst in der kühleren, leuchtenden Flamme 2 bis 4 cm weit vorzuwärmen hat, ehe es die Gebläseflamme

---

[1]) Arendt, Techn. d. anorgan. Experimentalchem. Hamburg, Leop. Voss, 1910; Ebert, H., Anleitung z. Glasblasen, 6. Aufl., Leipzig, J. A. Barth, 1926; Wehnelt, A., Handfertigkeitspraktikum. Braunschweig, 1920; Ostwald-Luther, Fußnote 2, S. 40; Woytacek, K., Lehrb. d. Glasbläserei. Hamburg, Otto Meissner, 1923.

verträgt. Bei komplizierten, früher geblasenen Stücken, an denen eine nachträgliche Änderung vorgenommen werden muß, ist dies besonders sorgfältig vorzunehmen, indem man das Rohr zunächst mehrere Zentimeter über der Spitze eines kleinen Flämmchens dreht, nach einigen Minuten es in die Basis der großen Flamme bringt, wieder nach einigen Minuten in deren Spitze. Den in Kohlrauschs Lehrbuch stehenden Satz: „Die Gefahr des Zerspringens pflegt vorüber zu sein, sobald das Glas die Flamme färbt“ [1]), wird in diesem Falle schon mancher Physiker aufatmend als erlösende Formel empfunden haben. Vor dem Anwärmen überzeuge man sich, daß alle Öffnungen, außer der zum Hineinblasen dienenden, geschlossen sind.

Häufig begeht der Anfänger auch den Fehler, das Glas nicht genügend zu erhitzen: Die Stücke verschmelzen wesentlich schneller und besser, wenn sie ordentlich erweicht sind. Verdickungen müssen herausgeblasen werden, auch wenn die Schönheit des Stückes darunter leidet, weil sie nach dem Erkalten zu unregelmäßigen Spannungen Anlaß geben. Nachdem die eigentliche Verschmelzung ausgeführt ist, muß man (besonders bei komplizierteren und dickwandigen Stücken) längere Zeit (5 bis 10 Minuten!) in der leuchtenden Flamme kühlen, hierauf soll man das Rohr auf den Glasblasetisch stellen, bis es erkaltet ist; beim eiligen Forttragen an den Arbeitsplatz springt es häufig noch infolge der Zugluft!

Die Temperaturen, bei denen sich verschiedene Glassorten „entspannen“, werden in der Druckschrift der D. Edelstahlwerke sowie in dem Buch von Espe und Knoll folgendermaßen angegeben:

Entspannung innerhalb:	15 Std. °C	15 Min. °C
Gundelach, Apparateglas	515	550—570
Pyrexglas	517	560
Duranglas	540	etwa 800
Schott, Geräteglas 29	579	659—765

Wenn bei der allmählichen Abkühlung (am sichersten im elektrischen Ofen!) diese Temperatur unterschritten wurde, darf die

[1]) Die neueren Auflagen des Lehrbuches enthalten den Abschnitt „Technisches“ nicht mehr.

Abkühlungsgeschwindigkeit wesentlich gesteigert werden. Ob noch Spannungen in einem Glas vorhanden sind, prüft man mit polarisiertem Licht, z. B. dadurch, daß man es zwischen zwei Bernotarscheiben (siehe S. 179) in verschiedenen Lagen (!) betrachtet.

Längere Röhren verbläst man, wenn man die trefflich koordinierten Handbewegungen des erfahrenen Glasbläsers nicht gut beherrscht, am leichtesten mit dem Handgebläse. Dabei wird also das Gebläse bewegt und der Glasapparat mittels einiger Stative gut befestigt. Ein einfaches Modell eines Handgebläses besteht (Abb. 13) aus zwei Messingröhren von etwa 20 cm Länge und etwa 5 mm Innendurchmesser, die mit dem größeren Teil ihrer Länge aneinandergelötet sind. Unten, wo die Schläuche für Gas und Luft übergeschoben werden, stehen sie etwas voneinander ab, oben sind sie durch aufgelötete Blechscheibchen verschlossen. Dicht an dem oberen Ende ist in dem vorderen Rohr *G* (Gas) ein seitliches, 4 mm weites Loch, hinter diesem eine $^1/_2$ bis 1 mm weite Durchbohrung zu dem rückwärtigen Rohr *L* (Luft). Das Gebläse gibt gut zugespitzte Flammen und hat den Vorzug, viel schlanker als die üblichen Modelle zu sein, so daß man es beim Blasen unschwer zwischen benachbarten Stativ- und Glasteilen durchstecken kann. An einem freien Rohrstück wird ein dünner Gummischlauch befestigt, dessen Ende man in den Mund nimmt, um die erweichte Glasstelle aufzublasen. Man erweicht die Ränder der beiden Arbeitsstücke, staucht sie zusammen, so daß sie dicht sind, und verbläst dann Stelle für Stelle durch starkes Erhitzen. Eine Öffnung, die sich nicht schließen will, da die Beweglichkeit der beiden Teile nicht ausreicht, kann man ohne besondere Schwierigkeit mit einem (bereitgehaltenen!) dünnen Glasstäbchen zusammenziehen.

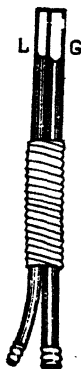



Abb. 13. Handgebläse

2. Metall in Glas einschmelzen

Platindraht. Das gasdichte Einschmelzen eines Stückchens Platindraht in ein Rohr aus gewöhnlichem Geräteglas ist recht einfach: Man heftet ihn in der Flamme vorübergehend an die Spitze eines Glasröhrchens oder -stäbchens, um ihn halten zu können, erweicht die Spitze eines Stäbchens „Einschmelzglas“ (Bleiglas) und um-

wickelt den Draht etwa 5 mm weit mit dem Glas, indem man ihn um seine Achse dreht. Der aufgewickelte dicke Glasfaden wird dann zu einem Zylinder zusammengeschmolzen, und zwar in der äußersten, oxydierenden Spitze einer kleinen, mit viel Luft versetzten Flamme. In der Reduktionsflamme wird das Glas oberflächlich reduziert, es wird schwarz, metallglänzend, klärt sich aber sofort wieder in der oxydierenden Zone der Flamme. Nun macht man eine enge Öffnung in das Rohr, in das der Draht eingeschmolzen werden soll, so daß das Zylinderchen eben hineinpaßt,

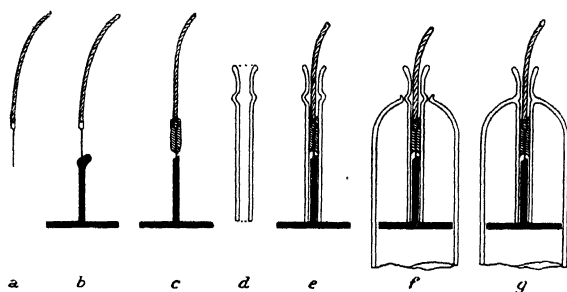



Abb. 14. Einschmelzen von Elektroden

und verbläst den Spalt, eventuell mit noch etwas Einschmelzglas nachhelfend. Besser wird die erwähnte Öffnung zunächst mit einem dicken Tropfen Einschmelzglas verschlossen, durch mehrmaliges starkes Erhitzen und Wiederaufblasen eine innige Verbindung des Geräteglases mit dem Einschmelzglas erzielt, und erst dann bläst man in das Einschmelzglas ein Loch und schmilzt das Zylinderchen ein.

Die Herstellung von Aluminiumelektroden für Entladungsröhren ist in Abb. 14 veranschaulicht. *a* stellt ein Stück Kupferdrahtlitze dar, in deren unteres Ende ein Platindraht eingeschmolzen ist. In *b* ist die Aluminiumelektrode — in diesem Falle eine Scheibe mit einem Stift in der Mitte — an dem Platindraht befestigt. Man erhitzt dazu den Aluminiumstift in der Gebläseflamme bis nahe an den Schmelzpunkt, macht gleichzeitig den Platindraht hellglühend und stößt ihn einige Millimeter weit in das erweichte Aluminium hinein. Meist bildet das Aluminium dabei einen Tropfen, wie gezeichnet. Dieser wird weggefeilt, hierauf der Draht und ein Stück der Litze mit Einschmelzglas

umgeben: *c*. Dann richtet man ein Röhrchen von der in *d* gezeichneten Form her, das sich gerade über den Zylinder aus Einschmelzglas schieben läßt, erhitzt den das Einschmelzglas umgebenden Teil und verschmilzt ihn: *e*. In *f* ist die Elektrode in das Entladungsrohr, das oben ein Loch von passender Größe erhalten hat, eingeführt, in *g* ist der Rand dieses Loches mit dem Elektrodenröhrchen verblasen und die Elektrode fertiggestellt.

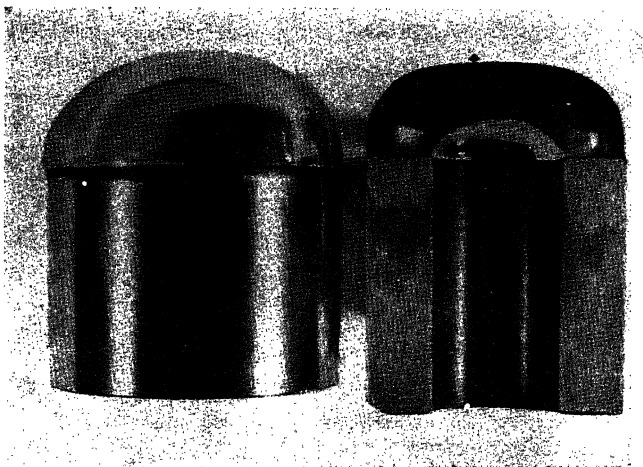



Abb. 15. Auf Metallzylinder aufgeschmolzene Glaskalotte

Lange Zeit war man auf Platin als auf das einzige Metall, das sich vakuumdicht einschmelzen ließ, angewiesen. Erst im letzten Jahrzehnt hat man gelernt, andere Metalle ein- oder aufzuschmelzen, und jetzt beweist jede käufliche Röntgenröhre, jeder Quecksilberdampfgleichrichter, in wie hohem Grade man diese Technik beherrscht. Abb. 15, die einer Arbeit von Brandsma [1]) entnommen ist, zeigt eine vakuumdicht auf einen Metallzylinder aufgeschmolzene Glaskalotte. Der Physiker wird aber, wenn er nicht über besondere Erfahrung auf diesem Gebiet verfügt, derartige Stücke besser in einer Glashütte anfertigen lassen und sich auf das Einschmelzen von Drähten (bis zu mehreren Millimeter

[1]) Brandsma, W. F., in der holländischen Wochenschr. „De Ingenieur“ 1934, Nr. 11; Materialenkennis 3.

Durchmesser) aus den nachstehend angegebenen Metallen beschränken.

Zwei Bedingungen müssen die für Einschmelzungen geeigneten Legierungen erfüllen: Ihr Ausdehnungskoeffizient muß in dem Temperaturbereich, in dem das Glas bereits erstarrt ist (500 bis 20^0), möglichst mit dem des Glases ($4 - 10 \cdot 10^{-6}$) übereinstimmen, und ihre Oxydschicht soll so weit in dem Glas löslich sein, daß es fest an der Metalloberfläche haftet. Die letztgenannten Eigenschaften haben besonders Kupferoxydul, Kobaltoxyd und niedere Wolfram- und Molybdänoxyde.

13

Außer Platin kommen folgende Metalle und Legierungen in Betracht:

Für das gewöhnliche Geräteglas: **Chromeisen** (25% Cr, 75% Fe), von Philips Glühlampenfabrik, Eindhoven, Holland, besonders empfohlen. (Das in Abb. 15 gezeigte Metall.) Zu beziehen z. B. durch die Heraeus-Vakuumschmelze. Wie eigene Versuche gezeigt haben, verarbeitet es sich mit gewöhnlichem Glas (ohne Einschmelzglas) ausgezeichnet, weil es durch die in der Flamme rasch gebildete Oxydschicht vor weiterem Angriff geschützt wird („es zundert nicht"). — 1 kg Chromeisendraht kostet etwa 30 *RM*.

Kupfermanteldraht mit einer Seele aus Nickeleisen. Nach der Einschmelzung muß der vom Glas bedeckte Draht goldgelb (Cu) oder rubinrot (Cu_2O), nicht schwarz (CuO) aussehen. Bezugsquellen: Firmenverzeichnis Nr. 23 und 44.

Eisen-Nickel-Kobaltlegierungen, z. B. das Ommet-Sivar der Deutschen Edelstahlwerke, das (in verschiedenen Nummern) für Gläser von Ausdehnungskoeffizienten zwischen 3,5 und $9{,}5 \cdot 10^{-6}$ lieferbar ist.

Für Hartgläser. Sehr sichere und temperaturbeständige Einschmelzungen auch dicker Drähte erhält man mit der Verbindung **Molybdän**/Jenaer Geräteglas bzw. **Wolfram**/Duranglas bei folgender Technik: Man bereitet ein kurzes, dünnwandiges Röhrchen aus der betreffenden Glassorte vor, das eng über den Draht paßt. Der (zweckmäßig in einen kleinen Stielkolben geklemmte) Draht wird über der Flamme vorsichtig erhitzt, bis er dunkelblau angelaufen ist. Dann schiebt man das Röhrchen über den Draht und schmilzt es in der Gebläseflamme mit Sauerstoffzusatz rasch

nieder. Das Glas bildet eine festhaftende Schicht auf dem Draht, der so armiert in die Apparatur (für Wolfram: Duran- oder auch Supremaxglas) eingeschmolzen werden kann. Nach der Einschmelzung muß ein Wolframdraht orangerot, ein Molybdändraht schokoladebraun aussehen. Wolframdrähte über 1,5 mm Dicke werden, ehe man sie oxydiert, mit Natriumnitrit angeätzt, wie S. 16 beschrieben.

Spezialgläser, die für den vorliegenden Zweck besonders geeignet sind, liefert Schott-Jena: „Wolfram-Einschmelzglas" und „Molybdän-Einschmelzglas".

Für Quarzglas. Einerseits wegen des kleinen Ausdehnungskoeffizienten von Quarzglas, andererseits wegen seiner hohen

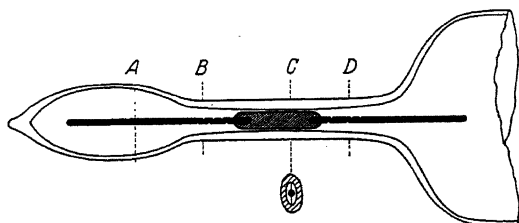



Abb. 16. Einschmelzung von Elektroden in Quarzglas mittels Molybdänfolie

Erweichungstemperatur mußte man sich lange Zeit mit Kittungen in irgendwelcher Ausführung behelfen[1]. Erst in den letzten Jahren wurde von Gabor[2] ein wirklich zuverlässiges Verfahren mittels dünner Molybdänfolie entwickelt. Die Folie 4 mm, 15 μ, muß sehr glatt, rein gebeizt sein und darf keinen Grat haben. Bezugsquelle: Verzeichnis Nr. 23. An die beiden Enden eines zentimeterlangen Stückchens werden (unter Zwischenlage von etwas Platinfolie) Wolframdrähte für die Zuführung und Ableitung des Stromes angeschweißt. Damit die Drähte besseren Halt in dem Quarzglas bekommen, kerbt man sie an einigen Stellen ein. — Die Einschmelzstelle wird so vorbereitet, wie es Abb. 16 zeigt. Zwischen *B* und *D* wird das Quarzrohr flach gedrückt (Schnitt *C*). Nach Einführung der armierten Folie wird das Rohr evakuiert (da die Oxydation der Folie vermieden werden muß!) und dann das Quarzrohr zwischen *B* und *D* mit dem Knallgasgebläse nieder-

[1]) Vgl. die älteren Auflagen dieses Buches.
[2]) Gabor, D., DRP. 573488/31/33 und 598214/30/34.

geschmolzen. Zuletzt wird die Kappe bei *A* abgeschnitten (vgl. S. 56). — Obwohl der Ausdehnungskoeffizient von Molybdän fast neunmal so groß ist wie der von Quarzglas, sind derartige Einschmelzungen sehr zuverlässig und temperaturunempfindlich. Sie halten mehrere Ampère aus.

Hier sei hingewiesen auf die „Zwischenstücke" zur Verbindung von Quarzglas mit z. B. Duranglas: Rohrstücke von einigen Zentimetern Länge, deren eines Ende aus Quarzglas, deren anderes etwa aus Duranglas besteht. Zwischen beiden liegt eine Reihe von Glasringen aus Gläsern mit jeweils zunehmendem Ausdehnungskoeffizienten. Solche Zwischenstücke sind allerdings relativ teuer und temperaturempfindlich.

Neuerdings hat man auch gelernt, wie Handrek[1]) berichtet, keramische Stoffe vakuumdicht mit ausgewählten Glassorten, deren Ausdehnungskoeffizient kleiner als der des betreffenden Porzellans sein muß, zu verschmelzen.

3. Behelfsmäßige Verbindung der Teile der Apparatur (Glas — Metall — Porzellan)

Außer den S. 39 ff. beschriebenen Kitten, z. B. dem Metallkitt nach Rawson, kommen hierfür folgende Verfahren in Betracht:

Nach Kundt überzieht man das Glas- oder Porzellanrohr mit einer eingebrannten Silber- oder Platinhaut. (Man versilbert chemisch, S. 60, und erhitzt dann das Rohr, bis es die Flamme gelb färbt, oder brennt Platin ein, S. 73.) Die Schicht wird galvanisch verkupfert und dann das Rohr mit einem ähnlich vorbereiteten oder einem Metallrohr mit Zinnlot verlötet. Morris[2]) beschreibt eine derartige Verbindung zwischen einem Kernkonus aus Quarzglas mit eingebrannter Platinschicht und einem Mantelkonus aus Invar, die von — 196 bis + 215° hochvakuumdicht war.

Nach Starke[3]) genügt es, die Rohre ähnlich, wie es Abb. 11 S. 41 zeigt, vorzurichten und in die Rinne eine leichtschmelzende Legierung (S. 20) einzugießen, nachdem man die Stelle über den

[1]) Handrek, H., ZS. f. techn. Phys. **15**, 494, 1934.
[2]) Morris, S. D. D., Journ. scient. instr. **11**, 232, 1934; vgl. auch Klumb, H. und Glimm, H. O., Phys. ZS. **34**, 550, 1933.
[3]) Starke, H., Verh. d. Deutsch. Phys. Ges. **13**, 20, 1932.

Schmelzpunkt der Legierung vorgewärmt hat. „Sollte eine geringe Undichtigkeit noch vorhanden sein, so kann man diese durch Nachgießen von Legierung oder mit etwas Piceïn oder dergleichen leicht beheben. Dämpfe hiervon dringen nicht in bemerkbarer Weise durch.“

Palmer[1]) beschreibt das vakuumdichte Aufkitten von Fenstern aus Flußspat mittels Chlorsilber. Das Ende des Glasrohres ist dazu so vorbereitet, wie es Abb. 17 zeigt. Zunächst wird die Flußspatplatte entfernt und in einem elektrischen Öfchen Chlorsilber bei 470° C in der Rinne niedergeschmolzen, bis sie fast bis zu ihrem inneren Rande gefüllt ist. Nach der Abkühlung legt man die Platte auf, deren Rand auf dem (außen kapillar hochgezogenen) Chlorid aufliegt, und erhitzt dann vorsichtig bis zum Schmelzen des Chlorides. — Sehr sorgfältig kühlen! Flußspatkristalle springen leicht!

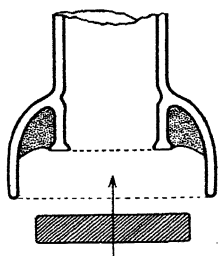



Abb. 17.
Aufkitten eines Flußspatfensters mit Chlorsilber

Das Einkitten von Fenstern aus β-Magnesia (vgl. S. 24) in ein Eisenrohr ist ausführlich von Strong und Brice[2]) beschrieben.

Endlich kann man Emailleflüsse verwenden: 5 g geschlämmte Kieselsäure, 16 g Mennige und 4 g calcinierter Borax werden in einem hessischen Tiegel vor der Gebläselampe zusammengeschmolzen. Der so gewonnene Glasfluß beginnt bei 350° zu erweichen, wird in der Bunsenbrennerflamme tropfbar-flüssig und haftet sehr fest auf gewöhnlichem Glas (nicht Quarzglas) und Metall (Eisen, Kupfer, Messing, nicht Aluminium). — Sehr sorgfältig kühlen! — Mc Kelvy[3]) empfiehlt, gleiche Gewichtsteile von Zinkoxyd, Borax und Natronglaspulver zusammenzuschmelzen.

Sprünge in Glasapparaten soll man nach Karvonen[4]) in folgender Weise reparieren können: Man bestreicht den Sprung

---

[1]) Palmer, F., Phys. Rev. **45**, 556, 1934; Eine ähnliche (verbesserte) Anordnung beschrieben neuerdings Weber, A. H. und Bazzoni, C. B. im Rev. Scient. Instr. 8, 170, 1937.

[2]) Strong, J. und Brice, R. T., Rev. Scient. Instr. 8, 209, 1937.

[3]) McKelvy, E. C. und Taylor, C. S., Journ. Amer. Chem. Soc. **42**, 1364, 1920.

[4]) Karvonen, A., ZS. f. Instrkde. **54**, 159, 1934.

mit einer dicken Wasserglaslösung und erhitzt nach dem Trocknen des Aufstriches den Gegenstand bis zur Erweichung des Glases.

4. Glas kalt bearbeiten

a) Glas schleifen. Kleine Flächen, z. B. der umgelegte, flach gedrückte Rand eines Rohres, auf den ein Fenster aufgekittet werden soll, lassen sich unschwer einigermaßen plan schleifen. Man benutzt dazu eine dicke mattierte Glasplatte (Spiegelglas), auf die etwas Schmirgel (von mittlerer Körnung) und Wasser gebracht wird. Das Rohr wird möglichst weit unten gefaßt und mit mäßigem Druck in kreisförmigen Bahnen auf der Platte herumgeführt. In ähnlicher Weise kann man Glasplatten (von einigen wenigen Quadratzentimetern Fläche) durch Schleifen mattieren. Die scharfen Kanten einer Platte rundet man schneller auf einem rotierenden Schleifstein ab; braucht man in diesem Falle eine einigermaßen regelmäßige (zylindrische oder ebene) „Facette", so vollendet man den Schliff auf der ebenen Platte. Auch Schmirgelpapier kann man zum Schleifen nehmen, nur nutzt sich dieses recht schnell ab.
Löcher von einem oder mehreren Zentimetern Durchmesser schleift man mit der Stirnfläche eines um seine Achse rotierenden Rohres in eine Platte; zunächst werden in die Stirnfläche einige Kerben gefeilt, das Rohr auf die Drehbank „aufgefuttert" und (auf ähnliche Weise wie mittels eines Korkbohrers) ein Stück Pappdeckel ausgebohrt. Dieser wird (mit Wachskolophonium) auf die Stelle der Glasplatte, wo man das Loch wünscht, gekittet. Hierauf führt man das Rohr ein, versetzt es in Rotation, befeuchtet die Schliffstelle immer wieder mit einem Brei aus Schmirgel und Wasser und drückt anfangs kräftig, später, wenn das Loch nahezu durchgeschliffen ist, sehr vorsichtig auf die Rückseite der Platte. Wenn möglich, schleift man von beiden Seiten her bis zur Mitte der Platte. In ähnlicher Weise schneidet man ein massives Glas- oder Quarzstück durch einen halb herumgelegten Schmirgeldraht oder mittels einer Scheibe aus dünnem Kupferblech unter Zuhilfenahme von Schmirgel und Wasser.

b) Glas bohren. Eine kleine Dreikantfeile wird auf dem rotierenden Schleifstein spitzig geschliffen, in das Futter einer Drehbank gespannt und die Glasplatte dagegengedrückt. Als Schmiermittel dient Terpentinöl, besser Campher in Terpentinöl gelöst. Unter Umständen ist die Feile nicht genügend hart, man nimmt dann

am besten eine andere. Das Bohren gelingt auch mit einem Drillbohrer, der vorher „glashart“ gehärtet wird. Der Beginn des Bohrens wird erleichtert, wenn man mit dem Diamanten ein kleines Kreuz in die Oberfläche ritzt.
Es sei hier nochmals auf die S. 19 erwähnten Hartmetalle „Widia“, „Titanit“ und „Norbide“ hingewiesen, mit denen das Bohren von Glas, ja sogar das Einschneiden von Gewinden möglich ist.

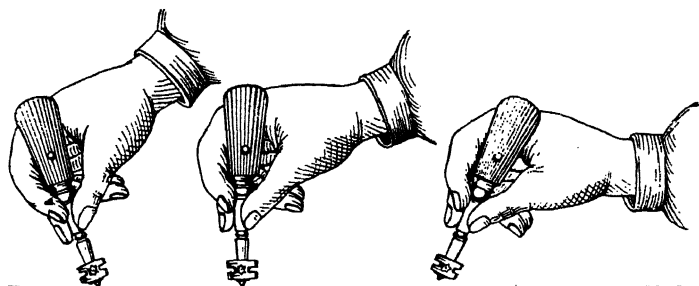



Abb. 18. Richtige Haltung eines Glasdiamanten

c) Glas mit dem Diamanten schneiden. Die Stellung, in der ein „Glaserdiamant“ am besten schneidet — stechend, gerade oder schleppend (Abb. 18) —, ist für jeden Diamanten verschieden. Eine falsche Stellung soll den Diamanten schädigen. Es wird daher geraten, sich selbst einen Diamanten anzuschaffen, ihn auf günstigste Stellung und günstigsten Druck auszuprobieren und ihn nicht herzuleihen! („Kein Glaser leiht einem anderen seinen Diamanten.“) Nach dem Schnitt klopft man (wenigstens bei dickeren Platten) mit dem Hinterende des Diamantgriffels mehrmals von der Rückseite der Scheibe auf den Schnitt, wobei sich längs des Schnittes ein Sprung bildet. Das Glas bricht dann durch schwaches ziehendes Biegen nach unten glatt auseinander.

d) Glas und Quarzglas ätzen. Fluorwasserstoff löst Kieselsäure unter Bildung von Fluorsilicium und greift daher Glas an. Entweder entwickelt man gasförmigen Fluorwasserstoff, indem man in einer flachen, provisorisch aus Bleiblech durch Aufbiegen der Ränder hergestellten Schale Flußspatpulver (Fluorcalcium) mit nahe konzentrierter Schwefelsäure mischt. (Die Reaktion erfolgt ohne Erwärmung ziemlich träge.) Oder man verwendet die käufliche wässerige Lösung, „Flußsäure“, die gleichfalls gasförmigen Fluorwasserstoff abgibt. Da Flußsäure das Glas angreift,

kommt sie in Flaschen aus Paraffin, Kautschuk oder Blei in den Handel. Die Lösung wie auch die eingeatmeten Dämpfe wirken stark ätzend und giftig. Glasteile, die nicht mitgeätzt werden sollen, schützt man durch einen Überzug, den Ätzgrund: Wachs, Paraffin, Piceïn. Sehr gut ist folgendes, von Frick angegebenes Rezept: 4 Teile weißes Wachs, 2 Mastix, 1 Asphalt und 1 Terpentin werden eine halbe Stunde geschmolzen erhalten, so daß sich die Verunreinigungen zu Boden senken. Dann gießt man den oberen Teil der Schmelze in kaltes Wasser, formt einen eigroßen Ballen daraus und hüllt ihn in Seidenzeug. Die Glasplatte wird erwärmt und mit dem Ballen, dessen Oberfläche unter der Seide schmilzt, bestrichen. Der Aufstrich schützt genügend, auch wenn er sehr dünn ist. In den Überzug ritzt man mit einem (Stahl-) Stichel die zu ätzende Zeichnung (Teilung). Verfasser stellte gelegentlich gute Teilungen her mit einem Intervall von nur 0,2 mm. Nach Cotton[1]) kann man die Silberschicht einer versilberten Platte als Ätzgrund verwenden. — Die vorbereitete Glasplatte legt man über die Bleischale und läßt den Dampf eine halbe Stunde bis einige Stunden einwirken (Rückseite der Platte schützen!) oder (besser) man bringt mit einem Holzstäbchen einige Tropfen Flußsäure auf die Teilung. Da der Ätzgrund nicht benetzt wird, muß die Säure mit dem Stäbchen ständig auf den Strichen verteilt werden. Dauer der Ätzung in diesem Falle $^1/_2$ bis 15 Minuten, je nach der gewünschten Tiefe. (Vorversuch!) Nach der Ätzung wird die Platte in fließendem Wasser kurz gewaschen, der Ätzgrund durch Erwärmung entfernt und die Teilung, wenn nötig, eingefärbt. Man reibt sie dazu mit schwarzer (roter) Ölfarbe ein und entfernt den Überschuß durch Abwischen mit steifem Papier. (Weiches Papier, Leder usw. entfernt zuviel Farbe aus den vertieften Strichen.)

In Mikroskopdeckgläschen sind häufig einzelne Stellen genügend plan, um als Galvanometerspiegel zu dienen. Man überzieht Vorder- und Rückseite des Gläschens mit Ätzgrund, setzt als Schablone ein Stück Rundmessing (5 bis höchstens 10 mm Durchmesser) auf, umfährt es mit der Reißnadel und ätzt ziemlich lange (Vorversuch!) mit flüssiger Säure. Nach dem Abspülen kann man das Scheibchen herausbrechen. Fünf bis zehn solcher Spiegelchen werden gemeinsam versilbert und geprüft: entweder indem man das auf einem weit entfernten Schirm aufgefangene reflektierte Sonnen-

---

[1]) Cotton, A., Rev. d'optique 3, 57, 1924.

bild betrachtet, das nicht verzerrt sein darf, oder mittels Fernrohr und Skala. Einige der Spiegel werden brauchbar sein.

Sehr feinkörnige, gut lichtdurchlässige Mattscheiben können durch Ätzung hergestellt werden. Die Scheibe (abgewaschene Trockenplatte) wird auf einer Seite mit Ätzgrund (z. B. Asphaltlack) überzogen, die andere sorgfältig gereinigt (Wattebausch mit Natronlauge, verdünnte Salpetersäure, Wasser) und die Platte mit dieser Seite nach unten einige Zentimeter über einer Bleischale mit Flußspat-Schwefelsäure (siehe S. 57) befestigt. Nach 1 bis 2 Tagen ist die Ätzung genügend vorgeschritten.

Allgemein erhält man mit gasförmiger Flußsäure matte, mit flüssiger dagegen klare Ätzungen. Bei feinen Linien (Teilungen) ist der Unterschied jedoch nicht groß.

e) **Der Schreibdiamant** ist ein kleines, kantiges Diamantsplitterchen, gefaßt in die Spitze eines bleistiftähnlichen Halters. Er dient dazu, auf Glas oder Quarz zu schreiben oder Teilungen zu ritzen. Für feine Teilungen muß die günstigste Stellung der Spitze sorgfältig ausprobiert werden. Ohne besondere Schwierigkeiten kann man auf diese Weise auf Glas Zehntelmillimeterteilungen anfertigen, die eine mehrhundertfache Vergrößerung aushalten. Kohlrausch empfahl für diesen Fall, die Striche unter Wasser zu ziehen. (Die Schraube der Teilmaschine muß dabei wegen des toten Ganges immer von derselben Seite her eingestellt werden!)

Es sei hier auf die sehr bemerkenswerten **„Jenaer KPG-Rohre"** hingewiesen, das sind klar durchsichtige Rohre aus verschiedenen Glassorten, die von 1 bis 50 mm Innendurchmesser hergestellt werden und bei denen der angegebene Durchmesser mit einer Höchstabweichung von 0,01 mm eingehalten wird. Ihr Lumen ist kreisförmig, quadratisch oder sechseckig, oder konisch mit absolut kontinuierlich verlaufender Querschnittsverengerung. — Die Rohre mit quadratischem Querschnitt eignen sich besonders zur Projektion von Manometern.

Ferner seien die **Küvetten** aus Duranglasrohren mit aufgeschmolzenen, planen Endplatten erwähnt.

Endlich sei an die vorzüglichen Jenaer **„Glasfilterplatten"** aus gesintertem Geräteglas 20 oder aus Quarzglas erinnert. Die Filterplatten werden in sieben verschiedenen Porenweiten von 500 bis 1,5 μ hergestellt. — Bezugsquelle: Jenaer Glaswerk Schott & Gen., Jena.

IV. Metallniederschläge auf Glas

Wir unterscheiden[1]:

1. Chemische Verfahren. Besonders für Silber, auch Gold und Kupfer.
2. Das Aufdampfen im Hochvakuum. Die meisten Metalle, auch Quarz, Salze u. a. m.
3. Kathodenzerstäubung. Die meisten Metalle.
4. Einbrennverfahren. Edelmetalle.
5. Niederschlag aus einer gasförmigen Metallverbindung.

14

Statt auf Glas kann der Niederschlag je nach dem gewählten Verfahren auch auf vielen anderen Stoffen, z. B. Quarzglas, Porzellan, Glimmer, Celluloid, ja sogar auf Textilien erzeugt werden.

1. Chemische Verfahren

Am meisten angewendet in Physik, Technik und Astronomie wird die **chemische Versilberung** von Glas. Es wird hier durch Reduktion einer alkalischen, insbesondere ammoniakalischen Silbernitratlösung *S* mittels einer Reduktionslösung *R* (Traubenzucker, invertierter Rohrzucker, Seignettesalz) ein Silberniederschlag erzeugt. Im allgemeinen wird aber das Silber als schwarzes Pulver ausfallen, und die Hauptaufgabe besteht darin, durch geeignete Wahl der Bedingungen eine zusammenhängende, glänzende Schicht zu gewinnen[2]. — Die einfachste Aufgabe ist die Versilberung der Rückseite des Spiegels (d. h. die Strahlen sollen durch das Glas hindurchgehen); schwieriger die der Vorderseite, die dann poliert werden muß. Am schwersten ist es, eine gleichmäßig halbdurchlässige Schicht zu erzeugen; dazu verwendet man jetzt wohl ausschließlich die unter 2 und 3 angegebenen Verfahren.

---

[1] Kurzer Bericht über die verschiedenen Möglichkeiten: W. Wagner, Kolloid-ZS. 82, 378, 1938.

[2] Die Silberschicht soll besser haften, wenn die Spiegelfläche vor der Spülung mit destilliertem Wasser mit einer Lösung von Zinnchlorür ($SnCl_2$) + Citronensäure abgerieben wird.

a) Nach meiner Meinung ist — wenigstens für größere, oberflächenversilberte Spiegel — das beste Rezept das von Brashear angegebene [1]). Es ist aber recht umständlich und erfordert viel Erfahrung. Das Rezept von Böttger-Bothe [2]) gibt fast ebenso gute Spiegel [3]) und ist besonders geeignet für das physikalische Laboratorium, wo man gelegentlich einen Glasstreifen, einen Galvanometer- oder größeren Reflektorspiegel zu versilbern hat. Die Lösung *S* hält sich hier (lichtgeschützt) fast unbegrenzt, *R* wenigstens einige Monate, und zum Versilbern brauchen *S* und *R* nur im Verhältnis 1 : 1 gemischt zu werden. Zudem hat die Temperatur hier im Gegensatz zu allen anderen Verfahren fast keinen Einfluß. Es soll deshalb dieses Verfahren ausführlich beschrieben werden.

Man reinigt: zwei (womöglich dunkelbraune) Flaschen zu je 500 cm³ mit eingeschliffenen Glasstöpseln; drei Erlenmeyerkolben oder Bechergläser: a) 800 cm³, b) 300 cm³, c) 100 cm³; drei Reagensgläser; eine Bürette (20 cm³); einen Glastrichter.

Hierauf wiegt man ab: In dem ersten Reagensglas $5 \pm 0{,}1$ g Silbernitrat, in dem zweiten $1{,}1 \pm 0{,}05$ g Silbernitrat, in dem dritten $0{,}9 \pm 0{,}05$ g Seignettesalz (Rochellesalz, Kalium-Natriumtartrat). Zu 2 und 3 gießt man einen Finger hoch destilliertes Wasser.

Herstellung der Silberlösung *S*. In dem Kolben b) löst man die 5 g Silbernitrat in 50 bis 100 cm³ destilliertem Wasser und gießt davon etwa ein Drittel „zur Reserve" in Kolben c). Zu der größeren Portion gibt man mittels der Bürette unter starkem Umschwenken käufliche Ammoniaklösung (Salmiakgeist). Bei den ersten Tropfen entsteht eine weißlichbraune Trübung, die bei weiterem Zusatz zunächst tief schokoladebraun wird. Wenige

---

[1]) Vgl. „The making of reflecting surfaces", London 1920, Referat in der ZS. f. Instrkde. **45**, 84, 1922; „The making of Mirrors . . .", Circ. Bur. of Stand. Nr. 389, 1931. Die alle ½ Jahre nötige Versilberung des 100zölligen Hookerspiegels auf dem Mount Wilson nach Brashear beschreibt Porter, Russel W., im Scientific Amerikan, Sept. 1929. Es wurden dazu 1,5 kg Silbernitrat benötigt, von dessen Silber die Schicht nur etwa 1% enthielt. Vgl. S. 67.

[2]) Bothe, Journ. f. prakt. Chem. **42**, 191, 1863; Böttger, R., Polytechn. Notizbl. **38**, 217, 1883; **39**, 342, 1884.

[3]) Eine sehr eingehende Beschreibung der Versilberung von Spiegeln für astronomische Fernrohre nach dem Böttgerschen Rezept hat Kreusler, H., in der ZS. „Die Sterne" **9**, 42, 1929 gegeben. Wir folgen hier im wesentlichen seiner Vorschrift.

Tropfen Ammoniak mehr lösen den braunen Silberoxydniederschlag plötzlich auf. Es ist nun erforderlich, daß in der fertigen Lösung eine graugelbe bis braune, mäßig starke Trübung vorhanden ist. Je nach der Stärke des Ammoniaks sind dazu 4 bis 6 cm^3 erforderlich. Man läßt zunächst 2 bis 3 cm^3 einfließen, bis die Lösung klar geworden ist, gibt von der „Reserve" zu, bis sich der Niederschlag wieder bildet, dann tropfenweise Ammoniak, und setzt dieses Verfahren fort, bis alle Reservelösung verbraucht ist. Sollte die Flüssigkeit dann noch klar sein, so löst man einige Stückchen Silbernitrat in wenig Wasser auf und gibt dies zu, bis wieder eine deutliche Trübung entstanden ist. Die letzte Zugabe soll Silbernitratlösung sein! — Die Lösung wird mit destilliertem Wasser (dem man 5 bis 10 % Leitungswasser zusetzen kann) auf 500 cm^3 verdünnt und unfiltriert in die eine Stöpselflasche gegossen. Der Niederschlag setzt sich allmählich ab.

Herstellung der Reduktionslösung *R*. In dem Kolben a) bringt man ein halbes Liter destilliertes Wasser zum Sieden. Während des Anheizens gibt man die oben vorbereitete Seignettesalzlösung zu. Wenn die Flüssigkeit kocht, wird — zuerst tropfenweise, Vorsicht wegen des starken Siedeverzugs! — das gelöste 1,1 g Silbernitrat eingegossen. Es entsteht sofort eine bräunliche Trübung, die sich schnell zu einem grünlichgrauen Niederschlag umbildet. Man läßt 3 bis 6 Minuten langsam weiterkochen, löscht dann die Flamme, filtriert und bewahrt die Flüssigkeit in der zweiten Stöpselflasche auf.

Reinigung der zu versilbernden Schicht. Die meisten Mißerfolge rühren von einer ungenügenden Reinigung des Spiegels her! — Nachdem man einen etwa noch vorhandenen alten Silberbelag mit Salpetersäure aufgelöst und die Platte mit Wasser abgespült hat, wäscht man sich gründlich mit viel Seife die Hände und reibt dann die Spiegelfläche mit eingeseiften Fingern längere Zeit sorgfältig ab. Mattgeschliffene Ränder werden mit einer Bürste bearbeitet. Unter ständigem Reiben mit der Hand spült man erst mit Leitungswasser ab, das überall gut benetzen muß, nicht fettig abgestoßen werden darf, dann mit destilliertem Wasser. Kleine Spiegel legt man sofort in das vorläufig mit Wasser gefüllte Versilberungsgefäß. Größere Spiegel werden, besonders wenn ihre Schicht später poliert werden soll, noch gründlicher gereinigt: Man bereitet einen dünnen Brei aus gleichen Teilen

Alkohol und Salmiakgeist mit „gefälltem kohlensauren Kalk“ (Calcium carbonic. praecipitat.). Den Spiegel befestigt man auf einem Tisch, gießt Reinigungsflüssigkeit auf und verreibt sie kräftig mit Watte (besser „Zellstoff“). Mit frischem Wattebausch nachreiben, bis die Oberfläche eben trocken und frei von Putzmittel ist.

Das Versilbern. Kleine Spiegel versilbert man in einer „Kristallisierschale“ oder gut gereinigten „Entwicklerschale“; große (von einigen Zentimetern Dicke) versieht man mit einem etwa 5 cm hohen, flüssigkeitsdichten Rand aus paraffiniertem Papier und verwendet so den Spiegel als Boden des Troges.
In einer Mensur mischt man (annähernd) gleiche Teile der Lösungen *A* und *B* (so viel, daß der Spiegel etwa 1 cm hoch bedeckt ist), gießt die Flüssigkeit sofort über den Spiegel und bewegt sie kräftig, entweder durch Schaukeln der Schale oder indem man die Flüssigkeit abwechselnd aufsaugt und zurückfließen läßt. Nach wenigen Minuten entsteht auf Glaswand und Spiegel ein Hauch von blau durchscheinendem Silber, der sich rasch verstärkt. (Anfangs sieht man oft Flecke, ungleichmäßige Dicke des Niederschlages, die aber mit zunehmender Dichte verschwinden und nur für halbdurchlässige Spiegel verhängnisvoll sind.) Allmählich trübt sich die Flüssigkeit und auf ihrer Oberfläche erscheinen Inseln von ausgeschiedenem Silber. Nun bereitet man in der Mensur nochmals die gleiche Quantität Flüssigkeit, schüttet dann die alte Lösung fort, spült flüchtig mit destilliertem Wasser und versilbert ein zweites Mal. Die fortschreitende Verstärkung der Silberschicht kann man gut beobachten, wenn man die Schale über eine Glühlampe hält: Nach einmaliger Versilberung wird man die Leuchtdrähte der Lampe noch blau durschscheinen sehen, erst durch die Wiederholung wird die Schicht undurchsichtig.

Fertigmachen des Spiegels. Nachdem man einige Male mit destilliertem Wasser (und dann womöglich auch einmal mit Alkohol) gespült hat, wird der Spiegel hochkant zum Trocknen gestellt. Auch jetzt faßt man ihn besser mit einem Glashaken oder einer Pinzette: Die Berührung des Randes mit nicht ganz frisch gewaschenen Fingern gibt häufig Flecke auf der Schicht. Soll der Spiegel ein „rückseitig versilberter“ sein, d. h. sollen die Strahlen durch das Glas hindurchgehen, so wird die Silberschicht einfach durch einen Lacküberzug geschützt (Schellacklösung). Meist hat sich auf der Glasseite etwas Silber niedergeschlagen. Dies entfernt

man mit einem Wattebausch, der ein wenig mit stark verdünnter Salpetersäure befeuchtet ist.

Soll dagegen die Reflexion an der Vorderfläche der Silberschicht stattfinden, so muß diese poliert werden. Es ist vielleicht besser, das Polieren erst einige Tage nach dem Versilbern vorzunehmen, weil die Schicht durch Kristallisation dichter wird und besser haftet. Zum Polieren verwendet man sämisch gegerbtes Leder, das man erst ausklopft, um es von Staub zu befreien und dann um einen Wollknäuel herumbindet: „Polierballen". Man fährt damit vorsichtig über den Spiegel (dessen Oberfläche bei dem Böttgerschen Verfahren goldähnlich glänzt) und bürstet den Ballen nach jedem Strich ab. Wenn so die Oberfläche von Staub befreit ist, reibt man allmählich mit stärkerem Druck (wodurch die Silberhaut dichter wird und größere Beanspruchung aushält). Häufig genügt dies, um die Schicht tadellos auszupolieren. Wenn nicht, so verreibt man mit dem Finger etwas feinstes Polierrot auf dem Ballen, bürstet den Überschuß ab und poliert weiter. Noch besser als Polierrot (Eisenoxyd) soll Chromoxyd sein. Jedenfalls muß man das feinst geschlämmte Material verwenden.

b) Rezept von Brashear.

Reduktionslösung *R*.

Destilliertes Wasser	500 cm³
Reiner Zucker (Kandiszucker)	45 g
Konzentrierte Salpetersäure	2 cm³
96%iger Alkohol	87 cm³

Die angegebene Reihenfolge der Zusätze ist einzuhalten.

Die Lösung muß nach dem Ansetzen mindestens einen Monat, womöglich mehr als ein Jahr lagern, bis sie ihre volle Güte erreicht. Sie bekommt im Laufe der Zeit einen erfrischenden, aromatischen Geruch und bleibt unbegrenzt haltbar.

Silberlösung *S*. Diese Lösung muß jedesmal frisch bereitet werden. Das angegebene Quantum gilt für einen Spiegel von 200 cm² Oberfläche. Man bereitet vor: Drei gereinigte und getrocknete Erlenmeyerkölbchen von a) 150, b) 20 und c) 15 cm³ Inhalt, eine Bürette d) von 20 cm³ und eine Mensur e) von 50 cm³. In a) wiegt man 4 ± 0,1 g Silbernitrat ab und fügt 40 cm³ destilliertes Wasser hinzu; in b) 2 ± 0,1 g alkoholgereinigtes, möglichst carbonatfreies Ätzkali oder Ätznatron und fügt 20 cm³ destilliertes

Wasser hinzu. Die Bürette füllt man mit (käuflichem) Ammoniak. Von der Silbernitratlösung in a) wird wie bei Böttger ein Drittel in das Kölbchen c) gegossen. Zu dem Rest (zwei Drittel) läßt man aus der Bürette vorsichtig unter starkem Schütteln Ammoniak eintropfen, bis der zuerst entstehende, schokoladenfarbige Niederschlag von Silberoxyd sich eben wieder gelöst hat. Dazu sind 4 bis 6 cm^3 Ammoniak erforderlich. Hierauf gießt man unter kräftigem Schütteln des Kolbens die Lauge b) zu. Es entsteht ein dicker Niederschlag, schwarz bei Kalium-, dunkelbraun bei Natriumhydroxyd. Sogleich gibt man weiter Ammoniak zu, bis der Niederschlag wieder verschwindet, dann wie bei Böttger nach und nach das Reservesilber c). Man benötigt hierzu 6 bis 9 cm^3 Ammoniak. Die letzte Zugabe soll Silberlösung sein. Wesentlich ist, daß die Lösung zuletzt getrübt, graugelb gefärbt ist. Sie wird nun filtriert (durch einen in den Trichterhals gestopften, lockeren Wattepfropfen) und sofort verwendet, da sich sonst ein schwarzer Niederschlag von hochexplosiblem Silberazid bilden kann.

Zur Versilberung ist die wie oben gereinigte Glasplatte (200 cm^2) mit einer Mischung aus 200 cm^3 destilliertem Wasser und 26 cm^3 Lösung *R* bedeckt. Temperatur 17 bis höchstens 19°C. Man gießt unter Schwenken der Schale das ganze Volumen der Lösung *S* hinzu. Fast momentan färbt sich die Flüssigkeit wie verdünnte Tinte. Nun bestreicht man mit einem weichen, gut ausgewaschenen Haarpinsel andauernd die Oberfläche des Spiegels. Nach vielleicht $^1/_2$ Min. bedecken sich die Wände mit einer stark reflektierenden Silberschicht, die Flüssigkeit wird lehmfarben und es scheidet sich in ihr Silber als grauer Niederschlag aus. Nach wenigen Minuten ist die Reaktion beendet.

Dasannacharya und A. C. Seth [1]) untersuchten wie weit Abweichungen von der angegebenen Vorschrift einen schlechteren Silberniederschlag ergeben.

Eine noch kräftigere Silberschicht erhält man, wenn man die Versilberung zweimal mit je der Hälfte der Lösung ausführt.

Schwarze **Silberflecken** an den Fingern entfernt man (nach J. M. Eder) mittels gesättigter Jodkalilösung.

Die Firma J. D. Möller in Wedel bei Hamburg stellt aus eingesandten Glasplatten tadellose oberflächenversilberte Spiegel

---

[1]) Dasannacharya, B. und Seth, A. C., Phil. Mag. **26**, 953, 1938.

her. Hier und da habe ich auch in einer benachbarten Spiegelfabrik eine Platte „zweimal“ versilbern lassen und die Schicht dann poliert.

Konservierung der Spiegel. Die Silberschicht läuft allmählich durch Bildung von Schwefelsilber an. Ist die Färbung noch schwach, so kann man den Spiegel nochmals polieren. Wenn man ihn bei Nichtgebrauch in Filtrierpapier einwickelt, das mit einer 10%igen Bleiacetatlösung getränkt und dann getrocknet worden war, hält er sich bedeutend länger (viele Monate). Man kann den Spiegel auch ganz dünn mit Zaponlack firnissen, wodurch natürlich seine optische Qualität etwas leidet [1]).

Burger und van Cittert [2]) empfehlen, das Silber durch eine aufgedampfte Quarzschicht zu schützen (vgl. S. 70).

Einen Goldniederschlag auf Glas erzielt man nach Gibson [3]) mittels Diäthyl-monobromgold $[Au(C_2H_5)_2Br]_2$ das man in Äthylalkohol löst [4]). Auf Zugabe von Alkali scheidet sich bei Zimmertemperatur in 9 Minuten der Niederschlag ab. Die Spiegel können poliert werden, falls dies nötig ist. Angaben über Konzentration werden in der Arbeit nicht gemacht. — Ein Rezept für Verkupferung, die wesentlich größere Schwierigkeiten bereitet, gibt French (Trans. of the Optical Soc. 2 , 229, 1924; ZS. f. Instrkde. 4 , 461, 1925). Verkupferte „Thermosflaschen“ stellt die Isolierflaschenfabrik Hermetos G. m. b. H. in Ilmenau in Thür. her.

---

[1]) Wenn man nach DRP. Nr. 572342 und Nr. 592710 einen versilberten Gegenstand in einer Chromsalzlösung, z. B. 100 g Kaliumbichromat auf 1 Liter Wasser badet (3 bis 6 Minuten bei Zimmertemperatur), so überzieht sich die Oberfläche mit einer unsichtbaren Silberchromatschicht, die so gut oder besser als ein Lacküberzug vor dem Anlaufen schützen soll (nach Assmann, K., Chemikerztg. **59**, 217, 1935). Aber bei gelegentlichen Versuchen des Verf. mit versilberten Glasspiegeln löste sich die Silberschicht an einigen Stellen ab und auch die Konservierung befriedigte nicht.

[2]) Burger, C. H., und van Cittert, P. H., ZS. f. Phys. **66**, 218, 1930.

[3]) Gibson, Ch. S., Nature **140**, 279, 1937.

[4]) Das Goldsalz gewinnt man mittels Grignardscher Lösung (Äthylmagnesiumbromid), deren Darstellung in Gattermann, „Die Praxis des organischen Chemikers“, Kap. IX genau beschrieben ist. Für den vorliegenden Fall ist aber in dem Rezept statt Brombenzol Äthylbromid zu verwenden. — Man gibt zu einer mit Eis-Kochsalz gekühlten Lösung von 1 g Bromgold ($AuBr_3$, Merck Nr. 1581) in 50 cm³ absol. Äther unter Umrühren 50 cm³ dieser Grignardschen Lösung, wodurch das Goldsalz als Niederschlag ausfällt.

2. Das „Aufdampfen“

Schon 1890 hatte Edison ein Patent auf das Verfahren genommen, durch Verdampfung eines Drahtes im Vakuum auf den kühleren Stellen einen Metallniederschlag zu erhalten. 1912 haben Pohl und Pringsheim[1]) einige Metalle aus einem kleinen Tiegel aufgedampft. Aber erst im letzten Jahrzehnt, nachdem die Beherrschung des Hochvakuums keine Schwierigkeit mehr machte, wurde diese Methode in den Arbeiten von E. Hochheim und den Physikern der Holländischen Schule weiter entwickelt und hat jetzt größte Bedeutung gewonnen. Denn alle bei Zimmertemperatur festen Körper, die sich verdampfen lassen, schlagen sie auch als dünne Schicht auf einer kälteren Fläche nieder.

Einerseits erhält man so bei Verwendung von Silber Schichten, deren Reflexionsvermögen im Sichtbaren bis zu 99 % betragen kann[2]), andererseits hat man das Silber mit Erfolg durch andere Metalle ersetzt, die zwar sichtbares Licht nicht so gut reflektieren, die aber haltbarer und für Ultraviolett besser geeignet sind. So wurde im Jahre 1935 der 100zöllige Hooker-Spiegel der Mt. Wilson-Sternwarte in einen Vakuumtopf gesetzt (!) und mit Aluminium bedampft[3]).

Erwähnt sei eine Arbeit von Beeching[4]), der die Struktur von aufgedampften Schichten von Al, Cr und Cu mit Elektronenstrahlen untersuchte. Es ergab sich, daß die dünnsten Schichten (auch im Vakuum) aus den Oxyden bestehen. — Reflexionsvermögen verschiedener Metalle: Abb. 44, 45 und 46, S. 180.

a) Die Technik des Aufdampfens. Bei kleinen Spiegeln (einige Zentimeter Durchmesser) und ausgewählten Metallen ist die anzuwendende Technik sehr einfach: Man wickelt einen (etwa 0,2 mm dicken) Wolfram- (oder Molybdän-) draht zu einer Spirale („Wendel“) von etwa 2 mm Durchmesser und 8 bis 10 mm Länge, steckt ein Stückchen der zu verdampfenden Substanz (z. B. Silber) hinein und erhitzt den Draht im Vakuum. Der Gasdruck darf

[1]) Pohl, R. W. und Pringsheim, P., Verh. d. Deutsch. Phys. Ges. **14**, 506, 1912.

[2]) Edwards, H. W. und Petersen, R. P., Phys. Rev. **50**, 871, 1936.

[3]) Vgl. Strong, J., Astrophys. Journ. **83**, 401, 1936. Referat über diese Abhandlung: Grotrian, W., Naturwiss. **25**, 175, 1937.

[4]) Beeching, R., Phil. Mag. (7) **22**, 938, 1936.

höchstens 10^{-4} mm Hg betragen. Zunächst schmilzt das Metall und schließt dadurch einige Windungen der Wendel kurz. Aber durch die benachbarten Windungen wird es trotzdem so stark geheizt, daß es verdampft. 1 mm³ auf die Oberfläche einer Kugel von 5 cm Radius verteilt, gibt eine Schicht von 310 Å Dicke, die in der Regel schon undurchsichtig sein wird. Besonders leicht verdampfen Antimon, Tellur, Wismut, Zink (1100 bis 1400° K), schwerer Silber (1800° K), Gold (2200° K), Chrom und Platin (2500° K). Der Wolframdraht selbst verdampft bei 3000° K noch nicht merklich [1]).

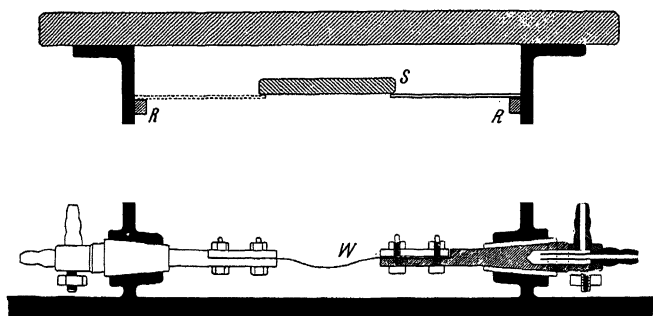



Abb. 19. Anordnung zum Aufdampfen im Vakuum

Statt einer zylindrischen Wendel kann man nach Cartwright [2]) eine konische mit vertikaler Achse nehmen oder ein (einige Millimeter breites) Streifchen Wolframfolie (35 μ dick, mit aufgebogenen Rändern), auf das man die Substanz (bis zu mehreren Gramm!) legt, oder — die beste Methode für Metalle, die über 2000° K schmelzen — man überzieht Draht oder Folie elektrolytisch mit dem Metall. (Hierbei läßt man besser die Enden frei, die Verdampfung schreitet dann von den hellglühenden Enden nach der Mitte fort.) Kleine Schmelztiegel scheinen sich nicht zu bewähren.

Die Anordnung, mit der der Verfasser gute Erfahrungen gemacht hat, ist in Abb. 19 gezeichnet. Durchmesser und Höhe des Messing-

---

[1]) Röntgenspektroskopisch läßt sich allerdings auf der Antikathode niedergeschlagenes Wolfram schon bei viel niedrigeren Draht-Temperaturen nachweisen.

[2]) Cartwright, C. H., Rev. of Scient. Instr. 3, 298, 1932.

topfes betragen 13 bzw. 10 cm. Das Wolframband *W* sitzt sehr tief, der Spiegel *S* liegt auf einem Rahmen *R* aus Flachmessing, der sich federnd in dem zylindrischen Topf spreizt und so in jede Höhe eingestellt werden kann. Die Elektroden halten mit Wasserkühlung 25 Amp. aus. (Vgl. die Tabelle S. 16.)

Für große Flächen, z. B. Teleskopspiegel, bringt man mehrere Verdampfer an, so daß auf jeden eine Fläche von 100 cm^2 trifft.

Die Glasfläche soll gut gereinigt sein. Cartwright (l. c.) verwendet dazu eine Entladung zwischen dem glühenden Draht und der Metall-Grundplatte.

b) Das Aufdampfen von Aluminium, Magnesium und Chrom. Ein besonderer Vorzug des Verfahrens ist, daß es die Herstellung von Aluminium- und von Chromspiegeln gestattet. Aluminium überzieht sich an der Luft sofort mit einer unsichtbaren Oxydschicht und ist dann so widerstandsfähig, daß man den Spiegel z. B. mit Wasser und Seife waschen kann.

Noch besser reflektieren aufgedampfte Al-Mg-Spiegel [93 bis 94 % [1])]. Aber da (trotz der fast gleichen Schmelztemperatur) Mg viel leichter verdampft als Al, ist es schwer, die Zusammensetzung des Niederschlages zu steuern.

Leider macht Aluminium (auch Beryllium und Silicium) dadurch Schwierigkeiten, daß es sich mit Wolfram zu einer brüchigen Legierung verbindet und den Heizkörper zerstört. Man muß in diesen Fällen die Drahtdicke erheblich vergrößern (0,7 bis 1 mm) bzw. Blechstreifen von 0,2 bis 0,3 mm Dicke verwenden (das bedingt starke Heizströme). Molybdän soll von Aluminium nicht so stark angegriffen werden wie Wolfram. Cartwright schützt den Draht durch Bestreichen mit einem Brei aus Thoriumoxyd und 0,1 %iger Thoriumchloridlösung. Auch mit Zaponlack verrührtes Al_2O_3-Pulver wird empfohlen [2]).

Chrom, das am besten elektrolytisch 1 mm dick auf dem Wolframdraht niedergeschlagen wird, haftet auf gut gereinigtem Glas so fest, daß es nur mit Flußsäure entfernt werden kann. Das Reflexionsvermögen von Chrom ist nicht groß (60 bis 70 % zwischen

---

[1]) Edwards, H. W., Phys. Rev. **43**, 205, 1933; auch Romanova, M., Rubcov, A. und Pokrovskij, G., C. R. Leningrad **1**, 17, 1934; Phys. ZS. d. Sowjetunion **5**, 746, 1934.

[2]) DeVare, H. B., Rev. Scient. Instr. **9**, 202, 1938.

4200 und 2900 Å). Wenn man aber auf die Chromschicht Aluminium aufdampft, erhält man einen Belag, der die große Widerstandsfähigkeit gegen chemische und mechanische Einflüsse mit gutem Reflexionsvermögen verbindet [1]).

c) Das Aufdampfen von anderen Stoffen. Quarzglas, das im Vakuum verdampft wird, schlägt sich als durchsichtige Schicht nieder (die eventuell kräftige Interferenzfarben zeigt). Nach Burger und van Cittert [2]) kann man so den Silberbelag eines Spiegels schützen. Außer Quarz eignen sich hierzu Fluorit, die Alkalihalogenide und Silberchlorid.

O'Bryan [3]) hat hochschmelzende Substanzen, wie Mo, Pt, Zr, Cr aus einem kleinen Öfchen aus spektroskopisch reinem Graphit verdampft, das durch Elektronenbombardement geheizt wurde (4000 bis 5000 Volt, 0,1 Amp.). Er erhielt unter anderem stark glänzende Schichten von Bor (Schmelzpunkt 2600° K).

Im Schumann- und Lyman-Gebiet ist möglicherweise das Reflexionsvermögen von Bor, Silicium, Zinksulfid [4]) noch besser als das von Aluminium.

Bauer und Brunner [5]) untersuchten die Siedepunkte der hier in Betracht kommenden Metalle und fanden folgende Werte (in Grad K):

Mg	Ag	Al	Si	Cr	Au	Be
1380	2200	2543	2628	2933	2983	3243

d) Besondere Anwendungen des Verfahrens. Gitter aus Spiegelmetall geben im Ultraviolett wesentlich hellere Spektren, wenn man Aluminium aufdampft [6]).

Ritschl [7]) stellt die Verdampfer zwischen zwei 24 cm voneinander entfernte Interferometerplatten, die dadurch gleichzeitig

[1]) Williams, R. C., Astr. Journ. **77**, 316, 1933; Phys. Rev. **41**, 255, 1932; **46**, 146, 1934.
[2]) Fußnote 2, S. 66.
[3]) O'Bryan, H. M., Rev. of Scient. Instr. **5**, 125, 1934.
[4]) Pfund, A. H., Journ. Opt. Soc. Amer. **24**, 99, 1934.
[5]) Bauer, E. und Brunner, R., Helv. Chim. Acta **17**, 958, 1934.
[6]) Butler, C. P. und Stratton, F. J. M., Nature **134**, 810, 1934.
[7]) Ritschl, R., ZS. f. Phys. **69**, 578, 1931.

halbdurchlässig genau gleich dick versilbert werden. Dabei kann die Durchlässigkeit fortlaufend kontrolliert werden. Wenn man nach Ritschl auf die Silberschicht HCl-Dämpfe einwirken läßt, nimmt ihr Reflexionsvermögen erheblich zu. Setzt man sie dann noch H_2O_2-Dämpfen aus, so wird ihre Haltbarkeit wesentlich gesteigert.

Strong und Gaviola [1]) zeigten, daß man die Dicke des Metallniederschlages dadurch gesetzmäßig variieren kann, daß man zwischen den Verdampfern und der zu belegenden Glasfläche einen rotierenden Sektor mit passend gewähltem Ausschnitt laufen läßt. So gelang 1. die Retusche eines schlechten Spiegels, 2. die Herstellung eines Parabolspiegels (auch eines außerachsialen Parabolspiegels) auf einer sphärisch geschliffenen Fläche; 3. ließ sich aus einem sphärischen Konvexspiegel ein hyperbolischer Spiegel machen. Die Fehler betrugen dabei nur $^1/_{20}$ der Wellenlänge.

Ist der Gasdruck höher als etwa 10^{-4} mm, so schlägt sich das Metall nicht mehr mit so glänzender Oberfläche nieder. Pfund [2]) zeigte, daß sich bei Gasdrucken von etwa 0,25 mm viele Metalle (Bi, Au, Ag, Ni, Cu, Zn, Pb, Si, Se, Te) als samtschwarze Schicht niederschlagen (vgl. dazu S. 182).

3. Niederschläge durch Kathodenzerstäubung

Dieses ältere Verfahren, das sich ebenfalls besonders für halbdurchlässige Schichten eignet, kann in manchen Fällen auch heute noch sehr wohl mit dem oben beschriebenen konkurrieren, z. B. zerstäubt Platin sehr leicht, während das Aufdampfen dieses Metalles nicht einfach ist. Auch hier ist die Auswahl von Metallen sehr groß. Hulburt [3]) beschreibt z. B. das Bestäuben mit Sb, Bi, Cd, Au, Pb, Pt, Ag, Sn, Zn; Co, Cu, Ir, Fe, Ni, Se, Te; Mo, Ta, W; Al, Be, C, Cr, Mg und Si. Die erste Gruppe zerstäubt am leichtesten, die letzte am schwersten.

In Abb. 20 (S. 72) ist eine geeignete Apparatur abgebildet. Der Teller T des Rezipienten besteht aus Metall (Messing) und dient als Anode. Er trägt auf einer seitlich eingeschraubten, durch Glasrohr

[1]) Strong, J. und Gaviola, E., Journ. Opt. Soc. Amer. **26**, 153, 1936.

[2]) Pfund, A. H., Phys. Rev. **35**, 1434, 1930; Rev. Scient. Instr. **1**, 397, 1930.

[3]) Hulburt, E. O., Rev. Scient. Instr. **5**, 85, 1934.

isolierten Säule *A* eine Brille aus Messingblech, die gleichfalls als Anode wirkt, und auf welcher die zu bestäubende Platte *P* mit der Schicht nach unten liegt. Die Kathode *K*, ein kreisförmiges Blech von etwa 50 mm Durchmesser, auf der Rückseite durch Glimmer geschützt, ist durch Glasrohr gegen den Teller isoliert. *S* ist ein Schirm, der durch einen nahe dem Rande des Rezipienten eingekitteten Glasschliff vor die Platte gedreht werden kann. In die Vakuumleitung *VV* ist eine „Ausfriertasche" (vgl. S. 80) eingeschaltet.

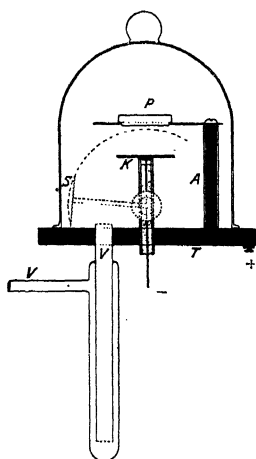



Abb. 20. Apparat für Kathodenzerstäubung

Die in mehreren neueren Arbeiten[1]) empfohlenen günstigsten Versuchsbedingungen weichen merklich voneinander ab. Jedenfalls soll die Oberfläche des Spiegels gut gereinigt sein und vor dem Aufstäuben auf 150 bis 200° C erhitzt werden. (Zweckmäßig in Vakuum dadurch, daß man intensive Kathodenstrahlen auffallen läßt, P. T. R.) Als Füllgas bewährt sich (strömendes) Argon viel besser als der früher meist verwendete Wasserstoff. Zur Bestäubung von Platten von 60 mm Durchmesser mit Silber empfiehlt die Reichsanstalt einen Kathodendurchmesser von 90 mm und einen Abstand Kathode—Platte von 43 mm. Der Dunkelraum soll bei Beginn 33 mm, gegen Ende der Bestäubung weniger tief sein. Gleichstrom, 1350 Volt, 7 mA, 12 Minuten für halbdurchlässige Versilberung. Andere Autoren geben an: Gleich- oder Wechselstrom, 1000 bis 3000 Volt, höchstens 50 Watt, Dunkelraum bis zur Spiegeloberfläche. — Für Kathodenzerstäubung sowohl wie für das Aufdampfen wird vielfach empfohlen, anfangs zwischen Platte und Quelle eine Blende (*S* in Abb. 20) einzuschalten.

---

[1]) Tätigkeitsbericht der Physikal. Techn. Reichsanstalt in der ZS. f. Instrkde. **49**, 174, 1929; Cartwright, C. H., Rev. Scient. Instr. **1**, 758, 1930; Newman, F. H., Phil. Mag. **14**, 1047, 1932. Blechschmidt, E., Diss. Jena 1926.; Gwynne, E. und Foster, E. W., Journ. Scient. Instr. **13**, 216, 1936. — Rouard, P. (Ann. de phys. et chim. **7**, 291, 1937) empfiehlt Pt, Au und Ag in Anthrazendampf aufzustäuben.

Kathodenzerstäubte Schichten besitzen übrigens, wie Kahler[1]) mittels der Debye-Scherrer-Methode nachwies, kristalline Struktur. Die Phasenkorrektion bei Perot-Fabry-Platten kann sich infolge von allmählicher Kristallisation jahrelang ändern[2]).

4. Einbrennverfahren (Edelmetalle)

Sehr fest haftende Überzüge auf Glas erhält man, indem eine geeignete Lösung des Metallsalzes durch Erhitzen zerstört und das frei gewordene Metall in das Glas eingebrannt wird. Man verwendet z. B. derartige Überzüge, um Glas (auch Quarzglas) elektrisch leitend zu machen (chemisch unangreifbare Elektroden für Elektrolyse) oder um es mit Metallteilen zu verlöten.

Bekannt ist das von Kundt stammende Rezept: Man löst 1 g „Platinchlorid" (Platinchlorid-Chlorwasserstoffsäure, H_2PtCl_6) in 3 cm³ absolutem Alkohol. Hierzu gibt man 10 cm³ konzentrierte alkoholische Lösung von Borsäure, ferner 20 cm³ einer Mischung von venezianischem Terpentin und Lavendelöl, von solchem Mengenverhältnis, daß eine mäßig dickflüssige Lösung entsteht. Diese Flüssigkeit ist unbegrenzt haltbar. (Sie greift aber Korkstöpsel an!) Die Glasfläche wird mit einem kleinen Pinsel mit wenig Lösung bestrichen und dann langsam erwärmt. Dadurch wird die Lösung viel dünnflüssiger (und tropft leicht ab!). Bei weiterem Erhitzen bräunt sie sich, verdampft und der metallische Spiegel erscheint. In diesem Zustande läßt sich das Platin noch leicht abwischen. Durch weiteres Erhitzen (1/4 Stunde auf 600 bis 700° C) wird es fest in die Oberfläche eingebrannt[3]). Ist der Überzug zu dünn, so wird das Verfahren wiederholt.

Rheinberg[4]) erhielt gleichmäßigere Spiegelflächen durch Vermeidung des Lavendelöls und durch Zusatz einer Wismutchloridlösung folgender Zusammensetzung: 1 g Wismutchlorid wird in 20 cm³ Alkohol gelöst, 1 cm³ Salzsäure zugegeben und die Lösung kurz vor der Verwendung mit Alkohol auf 120 cm³ ver-

---

[1]) Kahler, H., Phys. Rev. 18, 210, 1921.

[2]) Burns, K., Journ. Opt. Soc. Amer. 7, 419, 1923.

[3]) Steinebach, Th., (ZS. f. Phys. 33, 667, 1925) fand, daß sich optische Spiegel schon bei 350° verziehen.

[4]) Vgl. Fußnote 1, S. 61. „The making of reflecting surfaces . . ."

dünnt. Die Platinierungslösung wird angesetzt durch Mischung von

3 cm³ 6 %ige Lösung von Schießbaumwolle in reinem Methylalkohol;
3 ,, 6 %ige Lösung von „Platinchlorid" in Alkohol;
3 ,, Alkohol;
1 ,, Wismutchloridlösung von der oben angegebenen Zusammensetzung.

Flüssigkeiten zum Überziehen mit Platin, Gold, Silber, Iridium können unter der Bezeichnung „Glanzplatin", „Glanzgold" usw. bezogen werden von Heraeus und von der Deutschen Gold- und Silberscheide-Anstalt Frankfurt. Die Zusammensetzung der letzteren ist wesentlich komplizierter als die der Platinlösungen und es empfiehlt sich nicht, sie in kleinen Mengen selbst herzustellen. Außer dem Edelmetall enthalten sie Wismut, Chrom und Rhodium. Das Rhodium scheint zur Erzeugung eines guten Überzugs wesentlich, obwohl seine Menge nur 1‰ des Edelmetalls beträgt.

---

5. Der Vollständigkeit halber sei das in der Technik häufiger als im Laboratorium angewandte Verfahren zur Herstellung von dünnen oder auch dicken Metallschichten durch die Zersetzung der entsprechenden **Carbonylverbindungen** erwähnt. Geeignet sind Nickel, Eisen, auch Platin und die Platinmetalle. Das Carbonyl wird als Dampf eingeleitet und zerfällt an den auf etwa 200° C erwärmten Flächen in Metall und Kohlenoxyd. Das Metall kann dabei hochglänzende Spiegel bilden, die Schicht kann verhältnismäßig dick sein (und so die optische Qualität der Oberfläche beeinflussen).

V. Vakuumtechnik

Die Anschaffung einer der vorzüglichen, im Handel befindlichen Hochvakuumpumpen garantiert durchaus noch nicht den Erfolg. Dem Physiker, der mit dieser Materie noch nicht vertraut ist, muß geraten werden, eines der neueren Bücher über Vakuumtechnik [1]) oder mindestens die Sonderpreislisten Nr. XX von Leybolds Nachf. oder Nr. 140 und 150 von A. Pfeiffer-Wetzlar zu studieren.

1. Die Pumpanlage

Abb. 21 (S. 76), die dem S. 3 zitierten Buch von Simon und Suhrman entnommen ist, zeigt schematisch den Aufbau einer Vakuumanlage zur Herstellung lichtelektrischer Zellen. Aber bei anderen Arbeiten wird sich der Aufbau nicht viel von jenem unterscheiden.

a) Die Pumpen. Fast immer arbeitet man heutzutage mit Quecksilberdampf- oder Öl-Diffusionspumpen. Das bedingt eine Arbeitsteilung zwischen der Vorpumpe, die das Druckgebiet von Atmosphärendruck bis ungefähr 1 mm übernimmt [2]) und der Quecksilberpumpe ($10 - 10^{-6}$ mm unter günstigen Bedingungen).

Als Vorpumpen verwendet man allgemein Ölpumpen nach dem Kapselpumpenprinzip mit Motorantrieb. (Bezugsquelle: Leybold, Pfeiffer, Siemens-Schuckert.) Häufig ist von einer Pumpe in mehrere Arbeitszimmer eine Vorvakuumleitung gelegt. Gute

---

[1]) Dunoyer, L., „La technique du vide" (1924); Goetz, A., „Physik und Technik des Hochvakuums, Braunschweig 1926; Dushman, S., „Hochvakuumtechnik", deutsch von Berthold, R. G. und Reimann, E., Berlin 1926; Newman, „Production and Measurement of low pressure", 2. Aufl. New York 1925. Beiträge von Gaede, W. in dem Handb. d. Exper.-Phys. von Wien und Harms, Bd. IV/3 und von Ebert, H. in dem Handb. d. Phys. von Geiger und Scheel, Bd. 2. Mönch, G., „Vakuumtechnik im Laboratorium", Weimar 1937.

[2]) Den Druck einer Quecksilbersäule von 1 mm Höhe bezeichnet man als „1 Torr" (von Torricelli).

Ölpumpen evakuieren (wenn sie neu sind) ein Volumen von 10 Litern in 5 bis 10 Minuten bis auf einige Tausendstel mm Hg, zweistufige Pumpen sogar bis auf 10^{-5} mm Hg.

Meist braucht man die Vorpumpe nur zum anfänglichen Evakuieren der Apparatur, da nur selten dauernd größere Gasmengen zu fördern sind. Man legt dann zwischen Vor- und Hg-Pumpe ein großes Reservoir (2 bis 15 Liter) und schaltet die

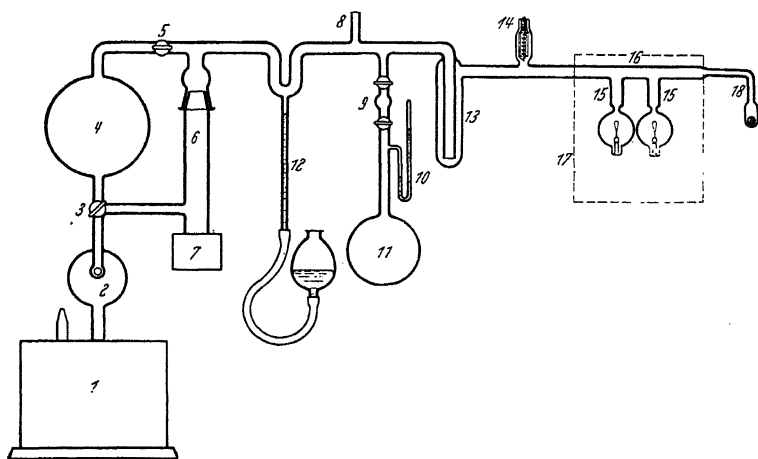



Abb. 21. Vakuumanlage

1. Rotierende Ölpumpe. 2. Deren Ölrücklauf. 3. Dreiwegehahn. 4. Vorvakuumkolben. 5. Hahn. 6. und 7. Diffusionspumpe mit Heizung. 8. Anschluß für ein Manometer. 9. Gasschleuse. 10. und 11. Gasvorratsgefäß mit Manometer. 12. Quecksilberverschluß. 13. Ausfriertasche. 14. Ionisationsmanometer. 15. Die auszupumpenden Photozellen. 17. Ofen. 18. Kölbchen mit Alkalimetall, das eindestilliert werden soll.

Vorpumpe aus, wenn dieses genügend (0,5 bis 1,5 mm Hg) evakuiert ist. Das Reservoir (4) ist ein großer Glaskolben oder, billiger und dauerhafter, ein autogengeschweißter eiserner Zylinder.

Ein kleines abgekürztes Manometer gibt den im Vorvakuum herrschenden Druck an. Es ist naheliegend, in dieses Manometer zwei dünne Platindrähte einzuschmelzen, durch die bei bestimmtem Druck (etwa 5 mm) ein Strom geschlossen wird, der entweder eine Signalklingel ertönen läßt oder sogar die Vorpumpe in Tätigkeit setzt. Der Verbindung der beiden Schenkel gibt man einen recht kleinen Durchmesser, damit das Quecksilber bei plötzlichem Einlassen von Luft nicht zu heftig gegen die Kappe

des geschlossenen Schenkels schlägt. [Solche Manometer füllt man am einfachsten und bei weitem am saubersten, wenn man im Vakuum Quecksilber in das (flüchtig ausgeheizte) U-Rohr eindestilliert. Mit derartig sauber gefüllten Manometern kann man auch den Druck dadurch messen, daß man den Meniskus auf eine Selen-Sperrschichtzelle projiziert, die bei seinem Steigen und Fallen mehr oder weniger verdunkelt wird.]

Da die Diffusionspumpen bei niedrigem Druck im Vorvakuum besser arbeiten, kann man, falls zur Erzeugung des Vorvakuums nur eine Wasserstrahlpumpe zur Verfügung steht, durch einige Glasrohrverbindungen mit Hähnen die Einrichtung treffen, daß die Quecksilberpumpe zuerst das Reservoir auf vielleicht 0,01 mm auspumpt, das dann als Vorvakuum dient.

Als Hg-Diffusionspumpen haben sich bewährt: Pumpe Nr. 12563 von Leybold bzw. (dasselbe Modell) III von Hanff & Buest. Diese Pumpe ist aus einem sehr widerstandsfähigen Glas, benötigt nur 35 bis 40 cm³ Hg und kostet etwa 85 *RM*. — Die Quarzglaspumpe (Nr. 12564 Leybold, Nr. 14 von Hanff) ähnlich der ersten, aber in Blechgehäuse, etwa 240 *RM*. — Für besonders große Leistung: Die Stahlpumpen *E* oder *D* von Leybold, etwa 500 bzw. 550 *RM*. Die ersten drei Pumpen sind dreistufig (Vorvakuum mindestens 15 mm Hg), Pumpe *D* vierstufig (30 mm). Endvakuum bei allen kleiner als 10^{-6} mm Hg. Näheres in den Druckschriften von Leybold, Pfeiffer, Hanff & Buest.

Bekanntlich hat man versucht, das Quecksilber in den Diffusionspumpen durch Öl zu ersetzen. Man gewinnt dadurch dreierlei: Der Dampfdruck des Hg bei Zimmertemperatur ist relativ hoch (1 bis $2 \cdot 10^{-3}$ mm Hg), weshalb die Dämpfe „ausgefroren“ werden müssen (S. 80); die ausgewählten organischen Körper (Butylphthalat, Apiezon-Öle, Paraffin) dagegen haben wesentlich kleinere (1/1000) Dampfdrucke. Zweitens ist es wünschenswert, das giftige Hg aus Laboratorien und Betrieb zu entfernen; drittens siedet Hg stoßweise und erschüttert die Apparatur, im Gegensatz zu den Kohlenwasserstoffen. Dem steht als Nachteil gegenüber der sehr kleine Temperaturbereich, in dem die Öle verwendbar sind. Heizt man zu stark, so zersetzen sie sich und geben große Mengen Gas in das Vakuum ab, heizt man zu schwach, so ist ihre Dampfspannung unzureichend. Deshalb benötigen derartige Öldiffusionspumpen (die z. B. von Leybold bezogen werden können)

eine genau einregulierte elektrische Heizung und ein Vorvakuum von 0,05 bis mindestens 0,4 mm Hg [1]).

Ferner: Dringt bei einem Bruch der Apparatur Luft in eine arbeitende Quecksilberpumpe, so bildet sich etwas Quecksilberoxyd, was nicht viel schadet. Das Apiezonöl dagegen wird in diesem Falle unbrauchbar und muß erneuert werden.

Trotz dieser Mängel haben sich diese Pumpen in manchen Betrieben gut bewährt. Möglicherweise verdrängen sie in Zukunft die Quecksilberpumpen. — I. Amdur [2]) beschrieb eine derartige Pumpe mit einer Sauggeschwindigkeit von 250 Liter Wasserstoff/sec.
Die Hg- und Öldiffusionspumpen benötigen zur Kondensation der Dämpfe Kühlwasser, das die Pumpe in so kräftigem Strom durchfließen soll, daß sich seine Temperatur beim Austritt nicht wesentlich erhöht hat. Ist das Wasser sehr kalkhaltig, so scheidet sich allmählich „Kesselstein" ab, der bei Glas- und Quarzpumpen öfters mit Salzsäure entfernt werden sollte.

Zweckmäßig sichert man die Anlage gegen ein Versagen der Wasserzuführung. Derartige Einrichtungen sind mehrfach beschrieben worden [3]). Sie beruhen meist darauf, daß ein Wassergefäß mit einer (regulierbaren) Öffnung am Boden von dem Ablauf der Pumpe gespeist wird. Bei normalem Fluß ist das Gefäß voll und deshalb schwer. Bleibt dagegen das Kühlwasser aus, so entleert sich das Gefäß durch die untere Öffnung, es wird dann von einer Feder in die Höhe gezogen oder eine Waage kippt um und betätigt Schalter, welche die Heizung unterbrechen. Statt des Wassergefäßes werden auch kommunizierende Röhren (Wasser und Quecksilber) verwendet: Durch genügende Wasserhöhe im einen Schenkel wird das Quecksilber im anderen hochgedrückt und schließt einen Kontakt. Stephenson [4]) verwendet eine Abschmelzsicherung im Abwasser, die bei normalem Betrieb durch

[1]) Vgl. Gaede, W., ZS. f. techn. Phys. **13**, 210, 1932; Brandenstein, M. v. und Klumb, H., Phys. ZS. **33**, 88, 1932; Klumb, H. und Glimm, H. O., ebenda **34**, 64, 1933.

[2]) Amdur, I., Rev. Scient. Instr. **7**, 395, 1936.

[3]) Piatti, L., Phys. ZS. **31**, 182, 1931; Pupp, W., ebenda **33**, 530, 1932; Marks, B. W. und Grebmeier, J., Rev. Scient, Instr. **3**, 294, 1932; Obrist, J., ZS. f. techn. Phys. **14**, 543, 1933; Beck, H., ebenda **15**, 221, 1934.

[4]) Stephenson, S. Town, Rev. Scient. Instr. **9**, 430, 1938.

das Wasser kühl gehalten wird, die aber durchschmilzt und den Heizstrom unterbricht, wenn das Wasser ausbleibt. Eine vollautomatische Anlage, die einen Hahn zum Hochvakuum schließt und alles abschaltet, wenn entweder der Kühlwasserstrom zu schwach oder der Druck im Vorvakuum zu hoch ist oder die Heizung versagt, beschreibt Pupp (l. c.). Die Anlage hat sich in mehr als einjährigem Betrieb so bewährt, daß man die Pumpe nachts unbeaufsichtigt arbeiten lassen konnte.

Sehr brauchbar sind die Glas- und Quarzpumpen, die ein kleines Volumen besitzen, und bei denen auch das Vorvakuum absolut dicht ist, als Zirkulationspumpen bei Versuchen mit strömenden, seltenen Gasen. Das Gas strömt in diesem Fall vom Beobachtungsrohr (verunreinigt) zu der Pumpe, von dieser durch eine Reinigungsvorrichtung zu dem Rohr zurück. Vor Beginn der Versuche wird der ganze Kreis mit einer anderen Pumpe auf das gewünschte Vakuum ausgepumpt.

b) Die Vakuumleitung. Sehr oft wird die Leistung der Pumpe durch eine zu enge Leitung stark gedrosselt. Ist S_0 die (von der Firma) am Pumpenstutzen gemessene Saugleistung der Pumpe, S die am Rezipienten und W = Länge/(Radius)³ der Widerstand der Rohrleitung, so gilt im Gebiet der Molekularströmung (d. i. freie Weglänge groß gegen Rohrradius)

$$S = \frac{1}{W + \frac{1}{S_0}}$$

(S und S_0: Liter pro sec, Länge und Radius in mm). Eine Rohrleitung von 1 m Länge sei einmal (A) an eine Pumpe mit S_0 = 1 Liter/sec, ein andermal (B) mit S_0 = 10 Liter/sec angeschlossen. Die Tabelle zeigt, auf wieviel Prozent die Pumpenleistung sinkt, wenn der Rohrdurchmesser D mm beträgt:

D	80	40	20	8 mm
A	100	50	12	2,7 %
B	75	10	1,2	0,3 %

Nur bei höheren Drucken (Spektralröhren!) darf man engere Rohre nehmen, braucht dann aber auch keine so leistungsfähige Pumpe.

c) Ausfriertaschen. Aus zwei Gründen ist es wünschenswert, den Quecksilberdampf der Pumpe, dessen Druck bei Zimmertemperatur etwa 0,0016 mm beträgt, von dem evakuierten Rohr fernzuhalten: Einmal stellt er eine Verunreinigung des Gases dar, die z. B. bei spektroskopischen Arbeiten stört, zweitens kann man, wie Gaede [1]) gezeigt hat, durch Kondensation des Quecksilbers in dem Rezipienten einen wesentlich tieferen Totaldruck erreichen als in der Pumpe selbst. Es ist daher üblich geworden, bei den meisten Vakuumarbeiten zwischen Pumpe und Rezipienten eine in flüssige Luft oder wenigstens Kohlensäureschnee-Spiritusmischung [2]) tauchende „Ausfriertasche" einzuschalten, die auch Wasser und organische Dämpfe zurückhält. Diese besteht entweder aus einem U-Rohr oder (Abb. 22, auch Abb. 26 und 20) aus einem 3 bis 4 cm weiten Rohr, in das ein etwa 2 cm weites bis nahe zum Boden hineinragt [3]).

Das Kondenswasser, das nach dem Verdampfen der flüssigen Luft eventuell in der Dewar'schen Flasche zurückbleibt, muß sorgfältig entfernt werden, da andernfalls das Gefäß beim Einfüllen flüssiger Luft voraussichtlich springen würde. — Dewar-Gefäße aus Jenaer Glas sind zwar teurer als solche aus gewöhnlichem Glas, aber wesentlich haltbarer [4]).

Wichtig ist, daß frisch gereinigte Rohre, wenn sie nur mit Kohlensäureschnee gekühlt werden, den Quecksilberdampf nur unvollständig zurückhalten; es tritt hier offenbar ein Kondensationsverzug auf, der sich vermutlich durch Versilbern oder durch Füllung mit Metallspänen beheben ließe. Hat sich dagegen erst ein feiner Quecksilberbelag gebildet, so genügt auch die Kühlung mit Kohlensäureschnee (etwa — 80°). Die Drucke der in Betracht kommenden Dämpfe sind (in mm Hg)

	Hg	H_2O	CO_2
— 80°	10^{-4}	10^{-9}	
— 190°	(10^{-27})	10^{-16}	10^{-2}

[1]) Gaede, W., Ann. d. Phys. **46**, 357, 1915.

[2]) Gewöhnlicher Brennspiritus hat sich gut bewährt. Er ist billiger als Aceton, Äther und Alkohol.

[3]) Über eine Ausfriertasche aus Stahl vgl. Müller, E. A. W., ZS. f. techn. Phys. **16**, 177, 1935.

[4]) Bezugsquelle: Verzeichnis Nr. 13 (Bezeichnung „Durmas") und Nr. 40.

Sehr vollkommen soll Quecksilberdampf auch zurückgehalten werden, wenn man in die Vakuumleitung ein Rohr einschaltet, das mit hineindestilliertem Natrium oder Kalium beschickt ist. Kalium absorbiert an Quecksilber das $1^1/_2$fache seines Gewichtes [1]). Finch [2]) empfiehlt flüssige K—Na-Legierung, auf deren Oberfläche der Hg-Dampf ein festes Amalgam bildet, das mittels eines Eisenstückes (magnetisch) zerteilt wird. — Beim Öffnen der Apparatur wird man die Alkalimetalle durch einen Hahn vor der Luft schützen können.

Becker [3]) beschrieb eine Anordnung aus zwei hintereinandergeschalteten Öldiffusionspumpen und einer mit Aktivkohle ge-

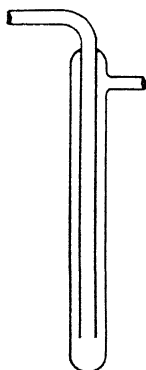



Abb. 22. Ausfriertasche

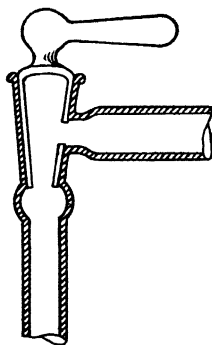



Abb. 23. Vakuumhahn mit weiter Bohrung

füllten, aber nicht mit flüssiger Luft gekühlten Ausfriertasche; er erreichte 10^{-8} mm Hg-Druck.

d) Schliffe, Hähne und Quecksilberverschlüsse. Wie oben hervorgehoben, müssen für Hochvakuumarbeiten die Bohrungen der Hähne möglichst weit sein. Das bedingt sehr große Hähne. (Erhältlich z. B. bei Hanff & Buest, Leybold u. a.) Recht empfehlenswert sind Hähne der Form Abb. 23, bei denen aber (im Gegensatz zu den Hähnen gewöhnlicher Art) das Küken durch den Atmosphärendruck allmählich festgepreßt zu werden pflegt. Der ge-

---

[1]) Hughes, A. Ll. und Poindexter, F. E., Phil. Mag. **50**, 423, 1925; Nature **115**, 975, 1925.

[2]) Finch, G. J., Nature **119**, 856, 1927.

[3]) Becker, J. A., Rev. Scient. Instr. **2**, 773, 1931.

fettete Hahn oder Schliff muß glasklar durchsichtig erscheinen; feine undurchsichtige Streifen geben voraussichtlich zu Undichtigkeit Veranlassung. Schliffe, die etwas reichlich gefettet sind, zeigen in der Fettschicht oft verästelte Figuren, ähnlich den Bahnen elektrischer Funken. In diesem Zustand sind sie erstaunlich undicht. Ein Andrücken, leichtes Erwärmen und Drehen des Schliffes hilft sofort, aber oft nur vorübergehend. Wenn kräftiges Andrücken und Drehen auf die Dauer nicht hilft, schleift man den Hahn am besten nach. Dazu befreit man ihn durch Abwischen mit Benzol oder Spiritus vom größten Teil des Fettes, befeuchtet ihn mit einem dünnen Brei von feinkörnigem „Polierschmirgel" und Wasser und reibt ihn mit mäßigem Druck ein. — Bei Schliffen läßt man zunächst die inneren 5 bis 10 mm ungefettet, damit das Fett sich nicht bei längerem Gebrauch in das Rohr hinein vordrückt.

16 Zum Einlassen der atmosphärischen Luft in die Apparatur (nach Beendigung der Versuche) verwendet man am besten keinen Hahn, sondern eine enge, dünnwandige Glaskapillare, von der man jeweils ein kurzes Stück abbricht. Beim Aufbau der Vakuumapparatur schmilzt man dazu an passender Stelle ein Glasrohr an, das zu einer Kapillare ausgezogen ist. Später wird die enge Öffnung wieder zugeschmolzen.

Große Anforderungen werden an das verwendete Hahnfett gestellt, das außer guter Schmierfähigkeit auch einen möglichst niedrigen Dampfdruck besitzen muß. Am meisten verwendet wird (zur Zeit noch) das Gummifett nach Ramsay, erhältlich z. B. bei Leybold. Ramsay-Fett besteht aus ungefähr gleichen Gewichtsteilen Gummi und Vaseline. Da die Gummistückchen + Luftzwischenräume aber ein viel größeres Volumen als die Vaseline haben, kann man bei der Herstellung nicht allen Gummi auf einmal der Vaseline zusetzen. Der Verfasser stellt das Ramsay-Fett nach einem von den früheren Rezepten etwas abweichenden Verfahren folgendermaßen her: Man besorgt reinen, entsandeten, nicht vulkanisierten Rohgummi („Parafell", „Palecrep-Gummi"), den man in kleine Schnitzel schneidet. — Ein Becherglas wird mit 300 bis 400 g (weißer) Vaseline gefüllt auf die Dampfheizung gestellt, „eine Handvoll" der Schnitzel hineingeworfen und das Glas zugedeckt. Nach zwei bis drei Tagen hat sich der Gummi aufgelöst. Nun läßt man erkalten und prüft die Konsistenz des Fettes. Wenn es noch zu weich ist, löst man in derselben Weise noch mehr Gummi auf.

Der Dampfdruck von Ramsay-Fett ist[1]) etwa 10^{-4} mm Hg. Wenn man es längere Zeit (in einem Rundkolben) unter Vakuum geschmolzen erhält (die flüchtigen Bestandteile abdestilliert), sinkt er auf $1 \cdot 10^{-5}$ mm Hg bei 20°.

Einen mindestens 100mal kleineren Dampfdruck haben die Apiezonfette L, M und N der Apiezon Products Co. (erhältlich bei Leybold), die allerdings sehr teuer sind. Verfasser empfiehlt besonders das Fett L, das Hähne und Schliffe vorzüglich dichtet. (1 Büchse 30 g 12,60 *RM*.) Nach

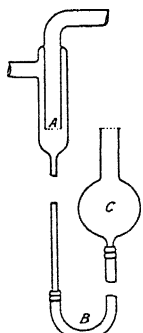



Abb. 24. Quecksilberverschluß

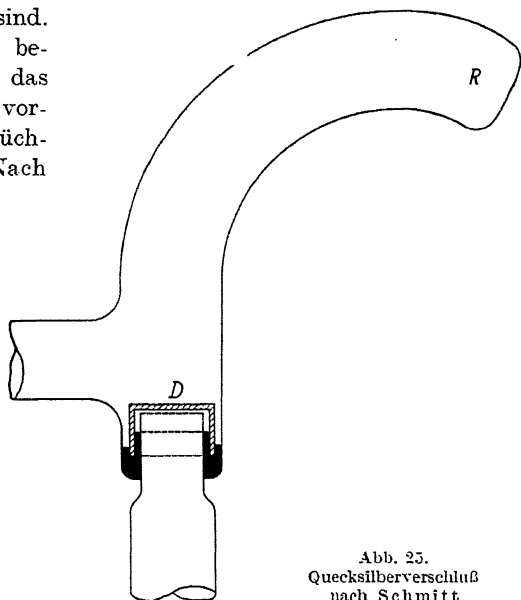



Abb. 25. Quecksilberverschluß nach Schmitt

Seydel[2]) haben Apiezonfette nach Entnahme aus der Packung einen (scheinbaren) Dampfdruck von etwa 10^{-5} mm Hg, der beim Erwärmen auf 90° rasch, sonst in einigen Stunden auf Werte unter 10^{-7} mm Hg sinkt.

Trotzdem ist ein gefetteter Hahn mit seiner meist zu engen Bohrung, seiner Neigung zum gelegentlichen Undichtwerden, seinem organischen Fett gewissermaßen nur ein Notbehelf. Viele Physiker bevorzugen daher (bei Hochvakuumarbeiten!) Quecksilberverschlüsse von der Form Abb. 24, welche die Vorzüge der modernen Konden-

---

[1]) Woodrow, J. W., Phys. ZS. **15**, 868, 1914; Mayer, H., ZS. f. Phys. **67**, 264, 1931; Zabel (Fußnote 2, S. 84) findet allerdings $7 \cdot 10^{-4}$ mm Hg.
[2]) Seydel, G., ZS. f. techn. Phys. **16**, 107, 1935.

sationspumpen erst richtig hervortreten lassen, die aber nur Druckunterschiede von höchstens einigen Zentimetern absperren.

Einige der üblichen Verschlüsse sind bei Mönch beschrieben und gezeichnet: Magnetisch gesteuerte Verschlüsse haben meist den Nachteil, daß sich die dauernd stromdurchflossene Spule erheblich erwärmt. Wir erwähnen deshalb eine neue Form, die Schmitt[1]) angegeben hat Abb. 25 (S. 83). Der eiserne Deckel D kann durch einen Magneten an die Stelle R gehoben und dort deponiert werden.

e) **Kittungen.** Oft besteht ein Teil der Vakuumleitung aus Glas, ein anderer aus Metall. Eine der S. 54 angegebenen Glas-Metall-Verbindungen herzustellen, lohnt sich aber häufig beim Experimentieren nicht. In allen diesen Fällen, und vielfach auch zur Verbindung zweier Glasrohre verwendet man die S. 39 ff. angegebenen Kitte b, c, d oder e. Nachdem in der mechanischen Festigkeit, im Schmelzpunkt und der Verarbeitung keine sehr großen Unterschiede bestehen, interessiert besonders der Dampfdruck dieser organischen Substanzen. Qualitativ kann man sagen: Je stärker ein Kitt beim Erhitzen riecht, desto höher wird voraussichtlich der Dampfdruck sein. Quantitativ (mit Ionisationsmanometer) wurden Dampfdrucke einiger Materialien von Zabel[2]) gemessen. Er fand:

Khotinsky Wax weich ...	$20 \cdot 10^{-4}$ mm Hg
„ „ mittel...	$17 \cdot 10^{-4}$ mm Hg
„ „ hart	$12 \cdot 10^{-4}$ mm Hg
Siegellack	$8-10 \cdot 10^{-4}$ mm Hg
Piceïn	$3 \cdot 10^{-4}$ mm Hg
Apiezonwachs Q .	$1 \cdot 10^{-4}$ mm Hg
„ M .	$0{,}005 \cdot 10^{-4}$ mm Hg

Die beiden letzten Werte sind der auf S. 83 angegebenen Arbeit von G. Seydel entnommen. Die Extrapolation einer von ihm zwischen 170 und 130° aufgenommenen Dampfdruckkurve ergibt sogar für Zimmertemperatur Werte von nur 10^{-10} bis 10^{-11} mm Hg.

Das Apiezonwachs Q besteht aus einem Fett und einer Füllmasse (einem staubfeinen Pulver aus Metalloxyden). Wachs Q hat sich bewährt zum Aufsetzen der Glocke des Rezipienten auf seine Grundplatte: Man preßt es mittels einer „Fettspritze" (Kraftfahr-

---

[1]) Schmitt, O. H., Rev. Scient. Instr. 8, 68, 1937. Eine andere Ausführung stammt von C. H. Townes, ebenda 9, 428, 1938.

[2]) Zabel, R. M., Rev. of Scient. Instr. 4, 233, 1933.

Gerät) als ringförmige „Wurst" auf den Teller und setzt die Glocke darauf, ohne zu erwärmen.
Leider ist mir kein Vakuumkitt bekannt, der Temperaturen von 100 bis 200° aushält, abgesehen von Chlorsilber, das unangenehm zu handhaben ist. Glycerin-Bleiglättekitt bewährt sich nicht. Vielleicht wäre Bakelit A geeignet, das in die bis 300° beständige Form C übergeführt wird.

f) Biegsame Verbindungen. Den als „Vakuumschlauch" bezeichneten dickwandigen Gummischlauch benutzt man vorzugsweise zur Verbindung von Vor- und Hauptpumpe. Für „bessere" Vakuumarbeiten schien er ungeeignet. Dunoyer (l. c.) weist jedoch darauf hin, daß man auch bei Einschaltung eines kurzen Stückes Gummischlauch ein recht gutes Vakuum erhalten kann, wenn man ihn richtig vorbehandelt. Man verwendet Gummi, der so wenig Schwefel als möglich enthält, kocht den Schlauch mehrere Stunden erst in Sodalösung und dann in destilliertem Wasser aus und trocknet ihn staubfrei. Das abgegebene Gas besteht größtenteils aus Wasserstoff, so daß man, wie Dunoyer sagt, durch Einschluß eines kleinen Stückchens Gummi in ein Geißler-Rohr ein schönes Spektrum der Balmerlinien bekommt. Der Schlauch wird meist nach einiger Zeit porös, dies läßt sich verhindern, wenn man ihn außen mit Rizinusöl bestreicht.
Neuerdings stellen die Siemens-Schuckert-Werke unter der Bezeichnung „Weichgummi W 223" einen Gummi her, der sich durch kleinen Schwefelgehalt und kleinen Dampfdruck auszeichnet [1]).
Von der Firma Karl Kraney in Frankfurt a. M. kann man durchsichtige Schläuche aus einem cellophanähnlichen Stoff beziehen, der möglicherweise auch einen kleineren Dampfdruck als Gummi hat. Das Material wird von Benzin, Öl und Lauge nicht angegriffen, wohl aber von heißem Wasser.
Vorzüglich geeignet sind die „DWM-Tombakschläuche" der Karlsruher Industriewerke A.-G. in Karlsruhe i. B.[2]). Folgende Marken kommen in Frage (Preise pro m):

Lichte Weite in mm:	6	8	10
Dünnwandig, eng gewellt *RM*	4,00	4,30	6,20
Dünnwandig, gestaucht *RM*	5,80	6,30	9,00

[1]) Materialkonstanten verschiedener Gummisorten bei „*Espe-Knoll*".
[2]) Diese Schläuche werden neuerdings auch aus Aluminium hergestellt.

Bei den „gestauchten“ Schläuchen bewirkt der beim Evakuieren wirksam werdende äußere Luftdruck eine geringe Verkürzung. Dies trifft noch mehr zu für die ausgezeichnet beweglichen „Federungskörper“ derselben Firma.

Vor der Verwendung der Schläuche muß das von der Fabrikation herrührende Fett aus ihrem Innern entfernt werden: Über der Flamme erhitzen (nicht ausglühen!) und Luft durchblasen. — Die Enden können mit aufgelöteten Rohrstutzen armiert werden. Die Verbindung mit der Glasapparatur erfolgt meist mit einem Schmelzkitt (was leider das Entgasen durch Ausheizen unmöglich macht).

Die verschiedenen Möglichkeiten, Bewegungen im Vakuum auszuführen, sind sehr vollständig in dem S. 75 angegebenen Buch von Mönch dargestellt. Wir weisen deshalb hier nur auf drei einfache und viel verwendete Anordnungen hin:

Abb. 26. Vakuumkurbel nach Medicus (aus Mönch)

Zur Feinverstellung (etwa einer Elektrode) in einem vertikalen Glasrohr dient ein horizontal liegender Schliff mit langem Zapfen. Die Elektrode hängt an einem dünnen Draht, der sich beim Drehen des Schliffes auf den Zapfen aufwickelt. — Für größere Elongationen verwendet man ein ∩-förmig gebogenes Glasrohr, in dessen einem Schenkel wieder die Elektrode hängt, durch ein (in Glas eingeschmolzenes) Eisenzylinderchen im anderen Schenkel ausbalanziert. Dieses kann durch einen Magneten verschoben werden.

Sehr robust ist die in Abb. 26 dargestellte, von Medicus angegebene „Vakuumkurbel“ [1]). Das linke Ende der geknickten Welle sitzt lose in der Hülse *H*, die durch den Federungskörper *F* mit der Vakuumapparatur bei *V* verbunden ist. Bei der Rotation der Welle beschreibt das geknickte Ende einen Kegel und dreht sich dabei in der Hülse *H*. Statt des Federungskörpers kann man auch ein ziemlich langes, dünnwandiges Glasrohr verwenden, das die Biegung aushält.

---

[1]) DRP. Nr. 602413 vom 7. September 1934.

g) „Der Rezipient“ ist bei vielen modernen Arbeiten, z. B. in der Vakuumspektroskopie, ein großes Metallgehäuse. Zur Konstruktion solcher Vakuumtöpfe mögen vier Bemerkungen gemacht werden: Man verwendet vielleicht als Deckel einer Anordnung nach Abb. 19, S. 68, eine Messingplatte, die am Rand (etwa mit Apiezonwachs) verkittet ist (Abb. 27a). Aber beim Evakuieren biegt sich der Deckel etwas durch und der Kitt springt (Abb. 27b). Die richtige Konstruktion des Deckels (nach M. Siegbahn) zeigt Abb. 27c.

Eine kreisförmige, am Rand aufliegende Glasplatte muß eine Dicke $= {}^1/_{14}$ des freien Durchmessers haben, um den Atmosphärendruck mit Sicherheit auszuhalten.

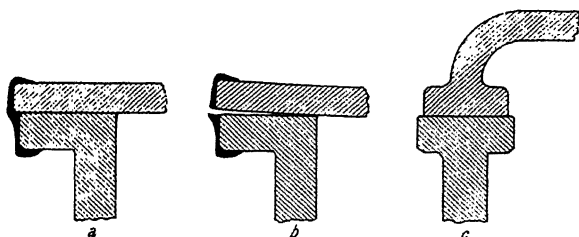



Abb. 27. Konstruktion des Deckels eines Vakuumtopfes

Metallgefäße sind häufig nicht hochvakuumdicht. Am besten lackiert man prinzipiell die Außenseite mit einem guten Emaillack oder mit alkoholischer Schellacklösung und trocknet bei 50 bis 100^0 bis der Lack nicht mehr riecht. Messingguß, der in der Regel undicht ist, soll verzinnt werden.

Der Deckel wird oftmals auf den Topf nicht aufgekittet, sondern mit einer zwischengelegten Gummi- oder Bleiplatte mit vielen Schrauben aufgepreßt. Bei Verwendung von Blei gibt man den Flächen einige scharfkantige Nuten, die sich in das Blei hineinpressen.

h) Elektroden. Das Glastechnische über Anbringung von Elektroden wurde schon auf S. 50 ff. behandelt.

Bei der Konstruktion muß man berücksichtigen, daß an den Elektroden einer Gasentladungsröhre eine erhebliche Wärmemenge frei wird. Es ist deshalb zweckmäßig, die Oberfläche möglichst groß zu machen. Ferner muß man auf die Kathodenzerstäubung Rücksicht nehmen. Diese ist besonders gering bei Aluminium

(vgl. aber S. 92) und Eisen (Ommet-Eisen der Deutsch. Edelstahlwerke). Auch Nickel und V_2 A-Stahl sind empfehlenswert.

Zur Erhöhung der Wärmeausstrahlung der Elektroden kann man sie durch einen Belag von Kohlenstoff schwärzen. Entweder dadurch, daß man sie in Azethylen glüht, oder, nach Frank, Patai und Tomaschek[1]) durch Elektrophorese von kolloidalem Graphit (Aquadag, Hydrokollag, S. 22). Man elektrolysiert eine Lösung, die 13 mg Graphit auf 100 cm³ Wasser enthält, bei 70 bis 80° C 8 bis 15 Minuten mit einer Stromdichte von 1,4 mA cm². Der Graphit scheidet sich an der Anode aus. Die Elektroden müssen vorher durch mehrmalige Oxydation und Reduktion aufgerauht werden.

2. Vorrichtungen zum Einlassen kleiner Gasmengen

Es wäre verfehlt, die Apparatur von Atmosphärendruck etwa auf $5 \cdot 10^{-3}$ mm Hg zu evakuieren, um bei diesem Druck Messungen zu machen, da, wie später (S. 93) gezeigt wird, der Gasdruck durch die abgegebenen Gase steigt. Man muß vielmehr nach vollständiger Evakuierung wieder etwas Gas einlassen. Besonders wichtig sind feine Ventile aber, wenn man — nach W. Wien — Messungen in ständig erneuertem, strömendem Gas machen will. In den letzten Jahren sind derartige Vorrichtungen in so großer Zahl veröffentlicht worden, daß es nicht angezeigt erscheint, alle zu beschreiben. Wir beschränken uns auf folgende Anordnungen:

a) Glaskapillaren. Die hindurchströmende Gasmenge kann reguliert werden: erstens durch geeignete Einstellung des Gasdruckes im Vorratsgefäß; zweitens durch Parallelschaltung mehrerer Kapillaren (von verschiedener lichter Weite); drittens indem man den Strömungswiderstand einer Kapillare dadurch ändert, daß man einen Draht oder Glasfaden mehr oder weniger weit hineinsteckt. Bei der einfacheren Ausführung dieser Konstruktion geschieht die Verschiebung magnetisch mittels eines zentrisch an den Draht gelöteten Eisenzylinders, der in einem horizontalen Rohr liegt. Hierbei kann sich die Einstellung durch Erschütterungen (arbeitende Pumpe!) oder stärkere Druckunterschiede ändern. Exakter arbeitet die von Hiby[2]) angegebene Anordnung

---

[1]) Frank, G., Patai, E. und Tomaschek, Z., math. u. nat. wiss. Anzeiger d. Ungar. Akad. d. Wiss. **54**, 417, 1936.
[2]) Hiby, J. W., Phys. ZS. **39**, 167, 1938.

Die Kapillare steht hier vertikal und der Draht hängt an einem (durch ein Bleigewicht gespannten) Faden, der, wie S. 86 beschrieben, um den Zapfen eines horizontal liegenden Schliffes gewickelt ist.

b) Nadelventile. Ein schlanker Konus (kräftige Nähnadel) kann mehr oder weniger tief in eine Bohrung hineingeschraubt werden, Abb. 28. Der Raum *A* wird mit dem Vorratsgefäß, *B* mit der Vakuumapparatur verbunden. Bedenklich sind hierbei die Gewinde, die möglicherweise nicht ganz dicht sind und Fettdämpfe abgeben. Ein sorgfältig gearbeitetes, mit Apiezonfett gefettetes Nadelventil des Verfassers hat sich allerdings bestens bewährt.

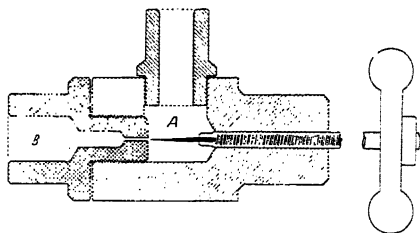



Abb. 28. Nadelventil

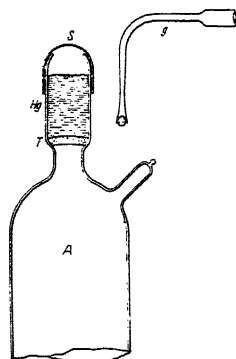



Abb. 29. Prytzverschluß

Weiterbildungen dieses Konstruktionsprinzips stammen von Josephy[1]), der die mögliche Undichtigkeit der Schraube durch eine am Rand gedichtete Metallmembran zwischen Schraube und Konus ausschaltet, von Durau[2]), der statt des Konus eine Stahlkugel und statt der Membran einen Federungskörper verwendet. Ähnlich ist das bis 587° C verwendbare Ventil von Strong und Brice[3]). v. Meyeren[4]) baut ein bis auf Nadel und Konus aus Glasrohr und Glasschliff bestehendes Ventil.
Der Kapillaren-Methode verwandt sind die Vorrichtungen von Blechschmidt[5]): Einen Hahn von der Form Abb. 23, S. 81,

---

[1]) Josephy, B., ZS. f. Instrkde. **47**, 436, 1927.
[2]) Durau, F., ZS. f. Phys. **89**, 143, 1934.
[3]) Strong, J. und Brice, R. T., Rev. Scient. Instr. 8, 209, 1937; vgl. auch Bogg, W., Journ. Scient. Instr. **14**, 412, 1937; Edwards, W. L. und Maxwell, L. R., Rev. Scient. Instr. **9**, 201, 1938.
[4]) Meyeren, W. v., ZS. f. techn. Phys. **19**, 281, 1937.
[5]) Blechschmidt, E., Phys. ZS. **29**, 441, 1928.

dessen Küken aber eine in die Bohrung mündende Nute besitzt. Die Tiefe dieser Nute wächst längs der Peripherie von Null (Ventil geschlossen) bis zu einem Maximum (Drehung des Hahnes um 270° — maximale Öffnung). Ferner von Kunzl und Slavik[1]), die ein vertikales Glasrohr mit einem längs der Achse verlaufenden Sprung verwenden, der durch Quecksilber, dessen Meniskushöhe verändert werden kann, mehr oder weniger weit bedeckt wird. — Fowler[2]) empfiehlt ein Röhrchen aus Neusilber von 6 mm Durchmesser und 0,5 mm Wandstärke, dessen mittleres Stück flach gehämmert und U-förmig gebogen wird. Je mehr man die beiden Schenkel einander nähert, desto kleiner ist der Durchlaß. Die Vorrichtung soll für Primärdrucke von einigen Atmosphären und Tiefdrucke von $5 \cdot 10^{-4}$ bis 0,3 mm Hg geeignet sein.

c) Andere Ausführungen beruhen auf dem von **Prytz**[3]) angegebenen Prinzip: In den Hals des Kolbens A (Abb. 29, S. 89) ist eine Platte T aus porösem Material (z. B. gesintertes Glas, S. 59) eingeschmolzen. Überschichtet man die Platte mit Quecksilber (Hg), so schließt das Ventil in der Richtung von oben (Atmosphäre) nach unten vollkommen gasdicht. Bringt man aber (nach Abheben des Staubdeckels S) das Rohr g, dessen Mündung mit einem ähnlichen Plättchen verschlossen ist, durch das Quecksilber hindurch zur Berührung mit T, so dringt Gas durch die Poren der beiden Plättchen hindurch ins Vakuum. Die Porenweite muß natürlich so gewählt werden, daß die Platten unter Atmosphärendruck noch quecksilberdicht sind. Man kann etwa eine Reihe Kolben A_1, A_2 ... mit verschiedenen Gasen gefüllt bereitstellen, g mit der Vakuumapparatur verbinden und so in rascher Folge ein Gas nach dem anderen einfüllen. Auch kann man mittels eines kleinen, auf ein Glasstäbchen gekitteten Tonkügelchens immer genau dieselbe Gasmenge in das Vakuum einführen. — Das von Prytz angegebene Verfahren wurde in dem „Bauerventil" zur Regenerierung von Röntgenröhren angewandt. Klose[4]) benutzt es als fettfreies Ventil, indem er ein poröses, am Boden eines Glasbechers eingeschmolzenes Stäbchen mit Queck-

[1]) Kunzl, V. und Slavik, J. B., ZS. f. techn. Phys. 16, 272, 1935.
[2]) Fowler, R. D., Rev. Scient. Instr. 6, 26, 1935.
[3]) Prytz, K., Ann. d. Phys. 18, 617, 1905.
[4]) Klose, W., ZS. f. techn. Phys. 12, 558, 1931.

silber umgibt. Je höher das Quecksilberniveau steht, je kürzer der herausragende Teil des Stäbchens ist, desto weniger Gas dringt pro sec ins Vakuum. Wolf und Reichel[1]) verwenden zu demselben Zweck einen Tonkegel, der mehr oder weniger tief in Quecksilber eintaucht. Von neueren Konstruktionen erwähnen wir die von Dorn und Glockler[2]), von Smythe[3]) sowie von Bazzoni[4]), hübsche Ausführungen, die aber nach Meinung des Verfassers keine wesentlichen Verbesserungen bringen.

Zu beachten ist, daß bei allen unter c angeführten Anordnungen das Gas durch Hg-Dampf verunreinigt wird.

Einen (für Vakuumarbeiten genügend kräftigen) Strom von Wasserstoff erhält man durch glühendes Palladium, vgl. S. 95, von Sauerstoff durch glühendes Silber (S. 98).

3. Reinigung der Entladungsröhren

Früher spielte die Reinigung der Röhren eine große Rolle. Man benutzt dazu vorteilhaft zuerst Kali- oder Natronlauge, die übrigens Aluminiumelektroden angreift (blank beizt), hierauf Chromschwefelsäure (womöglich heiß) oder Salpetersäure. Vorsicht beim späteren Spülen mit Wasser wegen der starken Erhitzung! Ein gutes Reinigungsmittel ist 1- bis 2 %ige Flußsäure, die aber, da sie Glas (und Aluminium) angreift, nur wenige Minuten einwirken darf. — Dann Spülen mit destilliertem Wasser. Alkohol oder Äther sollen (wegen möglicher Rückstände) nicht als letzte Spülflüssigkeit verwendet werden.

Nach neueren Erfahrungen wird jedoch anscheinend die Güte des durch Ausheizen usw. erreichbaren Hochvakuums durch Unterlassung einer derartigen Reinigung nicht merklich verschlechtert.

Die **Trocknung** von komplizierten Röhren, die nur eine einzige enge Öffnung besitzen, ist sehr zeitraubend. Am besten schaltet man eine Vorrichtung mit einem Zweiweghahn zusammen, mittels dessen man sehr oft die in dem Rohr befindliche feuchte Luft mit der Wasserstrahlpumpe absaugt und dann durch Chlorcalcium getrocknete staubfreie Luft einströmen läßt. Erwärmung des Rohres beschleunigt die Trocknung.

---

[1]) Wolf, L. und Reichel, S. v., ZS. f. Elektrochem. **39**, **143**, **1933**; vgl. dazu auch: Stock, A., ebenda **39**, **256**, **1933**.
[2]) Dorn, J. E. und Glockler, G., Rev. Scient. Instr. **7**, **319**, **1936**.
[3]) Smythe, W. R., ebenda **7**, **435**, **1936**.
[4]) Bazzoni, G. B., ebenda **8**, **171**, **1937**.

4. Das Evakuieren

a) Die Kühlung. Der Einbau von Ausfriertaschen in die Vakuumleitung wurde schon oben (S. 80) besprochen, ebenso die bedeutende Erhöhung ihrer Wirksamkeit durch einen Hauch von sublimiertem Quecksilber. Bei Verwendung von Kondensationspumpen ohne Ausfriertaschen gelangen — trotz ihrer Kühlung mit sehr kaltem Leitungswasser — erhebliche Mengen Quecksilberdampf in das Entladungsrohr, welche durch Amalgamierung der Aluminiumelektroden sehr schädlich sein können. Bewahrt man nämlich das Entladungsrohr (nach Beendigung der Versuche) luftgefüllt auf, so oxydiert sich das durch das Quecksilber freigelegte Aluminium zu pulverförmiger, grauer Tonerde, während das Quecksilber weitere Teile der Elektrode amalgamiert, bis nach einigen Wochen ein Häufchen Tonerde sich gebildet hat. Ein Mittel gegen diese Elektrodenkrankheit ist kräftiges Ausheizen unter Durchspülung von Luft.
Obwohl der Druck des Wasserdampfes bei der Temperatur der flüssigen Luft, wie erwähnt, nur 10^{-16} mm ist, erhält man ein unzureichendes Hochvakuum, wenn sich in der Ausfriertasche Spuren von Eis gebildet haben. Es ist deshalb fehlerhaft, die Kühlung anzubringen, solange sich die Vakuumleitung noch unter Atmosphärendruck befindet. Steht zur Kühlung nur Kohlensäureschnee-Spiritusmischung zur Verfügung, so muß man den Wasserdampf durch Phosphorsäureanhydrid (S. 31) entfernen, da bei der Temperatur von etwa -80^0 sein Dampfdruck noch 10^{-4} mm beträgt.

b) Das Ausheizen. Schon Hittorf wußte, daß man stärkere Luftverdünnungen erhält, wenn man das Entladungsrohr stark erhitzt, während die Pumpe arbeitet. Sowohl Glas als insbesondere Metall enthält große Mengen okkludierter Gase, dieses besonders Kohlenmonoxyd, jenes Wasserdampf und Kohlendioxyd. Die Anforderungen der Technik haben in den letzten Jahren zahlreiche Untersuchungen über diese Materie veranlaßt [1]), denen Dunoyer mehrere Seiten seines erwähnten Buches widmet. Ein Zahlenbeispiel für die allmähliche Abgabe des Wasserdampfes von einer Glasoberfläche von Zimmertemperatur sei angeführt: Ein Rezipient von 9 Liter wurde auf 10^{-4} mm evakuiert. Nach zehn Stunden

[1]) Literaturzusammenstellung bei Eckert, F., Verh. d. Deutsch. Phys. Ges. 5, 46, 1924; siehe auch Wiensches Handb. d. Experimentalphys. 8/2, Beitrag Glaser, S. 427, ferner „*Espe-Knoll*“.

war der Druck auf 10^{-1} mm, also auf das Tausendfache, gestiegen. Bei Röhren mit größeren Metallteilen kann diese Gasabgabe monatelang verfolgt werden. Besonders bei Spektraluntersuchungen darf man diese Fehlerquelle, die natürlich eine starke prozentuale Verunreinigung des eingefüllten Gases bewirkt, nicht außer acht lassen. Vgl. S. 94 (strömendes Gas).

Bei erhöhter Temperatur erfolgt die Gasabgabe wesentlich rascher; und daraus folgt für die Praxis, daß es nötig ist, die Röhren „auszuheizen". Da das evakuierte, gewöhnliche Geräteglas höchstens 350 bis 400° aushält, ohne sich zu deformieren, und da diese Temperatur mehrere Stunden aufrechterhalten werden muß, verwendet man am besten elektrische Öfen von der auf S. 189 beschriebenen Art. Behelfsmäßig wickelt man auf das Glasrohr Asbestpapier und bindet ein passendes „Schniewindt-Gitter" (S. 190) darauf, das wieder mit Asbestpapier umkleidet wird. [Erwähnt sei, daß ein „Ausheizen" mittels eines kleinen Hochfrequenzapparates (S. 30) nur sehr wenig hilft.]

Noch viel hartnäckiger als von Glas werden die Gase von Metallen festgehalten. Je länger und je höher man sie erhitzt, desto gründlicher entfernt man die großen Mengen von Gasen. Der sicherste Weg, das Metall im Vakuum zu schmelzen, ist bei fertigen Elektroden nicht gangbar. Wohl aber kann man die Elektroden häufig durch Joulesche Wärme, durch Elektronenbombardement oder, wie in der Technik wohl allgemein üblich, durch Wirbelstromheizung ausglühen [1]). Vielfach heizt man sie auch vor dem Einbau in einem mit einer stark wirkenden Pumpe verbundenen Porzellan- oder Quarzrohr mehrere Stunden bei heller Rotglut aus (Aluminium schmilzt schon bei dunkler Rotglut!). Von großer Bedeutung sind deshalb die von der „Vakuumschmelze W. C. Heraeus in Hanau a. M." hergestellten vakuumgeschmolzenen Metalle (Aluminium, Nickel, Kupfer und andere) und die „Ommet"-Erzeugnisse der Deutsch. Edelstahlwerke. Die Luft, die diese Metalle beim Lagern okkludieren, läßt sich viel leichter vertreiben als die bei ihrer Verhüttung aufgenommenen Gase.

Wenn einigermaßen saubere Vakuumbedingungen verlangt sind, empfehlen wir folgenden Arbeitsgang: Man beginnt morgens mit dem Pumpen und schaltet gleichzeitig den elektrischen Ofen ein,

---

[1]) Eine Hochfrequenzanordnung hierfür beschreibt Simon, H. im Handb. d. Experimentalphys. von Wien und Harms, 13/2, S. 339.

der etwa 350° erzeugt. Etwa eine Viertelstunde später kommt die Ausfriertasche in flüssige Luft. Man läßt die Pumpe tagsüber arbeiten, stellt sie, nicht aber den Ofen, abends ab. Wenn man am nächsten Tage bis abends weiter pumpt, gelegentlich die Glasvakuumleitung mit der flatternden Bunsenbrennerflamme erwärmt und abends den Ofen abstellt, ist der größte Teil der okkludierten Gase entfernt.

5. Füllung von Spektralröhren

Das Reinigen, Evakuieren und Ausheizen von Spektralröhren (Geisslerröhren) geschieht am besten in der vorstehend angegebenen Weise. Wenn man das Ausheizen unterläßt, so wird man zwar in den ersten Sekunden oder Minuten das reine Spektrum des eingefüllten Gases beobachten, bald aber treten die Wasserstofflinien und gewisse, für Kohleverbindung charakteristische Banden im Gelbgrün und Grün (bei 5635, 5585, 5541 und bei 5165 und 5129 Å) auf. (Diese Kohlebanden sind so hartnäckig, daß Piazzi Smith 1887 vermutete, sie kämen von der Gummiumhüllung der Zuführungsdrähte!) Nur wenn man — nach W. Wien — während der spektralen Beobachtung das Gas dauernd durch die Röhre hindurchströmen läßt, darf das vorherige Ausheizen wegfallen, da die frei werdenden Verunreinigungen genügend schnell fortgespült werden. Die Reinigung der Röhre kann man dadurch beschleunigen, daß man von Zeit zu Zeit etwas Gas einläßt und, während die Pumpe in Tätigkeit bleibt, einen kräftigen elektrischen Strom durch das Rohr schickt, bis es zu hart geworden ist. Man benutzt entweder das Gas, mit dem das Rohr später gefüllt werden soll, oder (umständlicher, aber wirksamer) Sauerstoff. Wenn das Sauerstoffspektrum rein bleibt, wird das Rohr nochmals leer gepumpt, einigemal mit dem später zu verwendenden Gas gespült, dann, unter Abstellung der Pumpe, so weit gefüllt, daß es gut leuchtet und abgeschmolzen. Man wähle den Gasdruck ziemlich hoch, da sich die Röhren bekanntlich im Betrieb von selbst evakuieren.

Die Herstellung reiner Gase ist von Travers[1]), von Moser[2]) und neuerdings von Klemenc[3]) beschrieben. Hier

---

[1]) Travers, „Experimentelle Untersuchung von Gasen", deutsch von Estreicher, T. Braunschweig 1905.

[2]) Moser, L., „Reindarstellung von Gasen". Stuttgart 1920.

[3]) Klemenc, A., „Die Behandlung und Reindarstellung von Gasen". Leipzig 1938.

mögen nur einige Gase, die spektroskopisch besonders wichtig sind, und nur solche Methoden angegeben werden, die möglichst reines Gas liefern, wenn auch in geringen Mengen.

a) Wasserstoff. Glühendes Palladium ist für Wasserstoff durchlässig. Bringt man ein 1 bis 2 mm weites, 3 bis 4 cm langes, nahtlos gezogenes Palladiumröhrchen, das am einen Ende verschlossen, am anderen in ein Glasrohr eingeschmolzen ist, in einer Weingeistflamme zum Glühen, so diffundiert der in der Flamme vorhandene freie Wasserstoff ins Innere des Röhrchens. Diese Vorrichtung ist als „Osmoregenerierung" bei Röntgenröhren bekannt. Die Röhrchen sind von Heraeus oder von Gundelach (Gehlberg in Thüringen) zu beziehen. Der Wasserstoff ist chemisch rein.

Abb. 30. Reinigung von Wasserstoff mittels Diffusion durch elektrisch geglühtes Palladium

Leuchtgasflammen empfehlen sich nicht für Dauerbetrieb: Die Röhrchen werden bald brüchig und bekommen Löcher. Noch besser als Alkoholflammen sind reine Wasserstoffflammen. Für Dauerbetrieb am besten ist es, das Röhrchen in einer Wasserstoffatmosphäre elektrisch (Niederspannungstransformator) schwach zu glühen. Eine praktische Vorrichtung hierfür zeigt Abb. 30. Das in üblicher Weise in das Glasrohr *G* eingeschmolzene Palladiumrohr *Pd* (1,3 mm Außendurchmesser, 0,15 mm Wandstärke) ist bei *A* und *B* mit den Messingstücken, die den Strom (30 bis 40 Amp. bei 0,6 bis 1 Volt) zuführen, hart verlötet. Es sitzt unter einer von Kühlwasser *K* umspülten Glashaube. Die Kupferrohre *C* und *D*, von denen das erste Körperschluß hat, das zweite durch eingekittete Steatitflanschen isoliert ist, dienen als Stromleiter und gestatten außerdem die Haube mit Wasserstoff zu durchspülen. Bei 1 Atm. Überdruck (außen) liefert diese Anordnung

pro Stunde 100 cm³ reinsten Wasserstoff von Atmosphärendruck [1]).

Ferner adsorbiert bekanntlich Palladium bei Zimmertemperatur etwa das Tausendfache seines Volumens Wasserstoff von Atmosphärendruck. Um diese Eigenschaft zu verwenden, belädt man ein Streifchen Palladiumblech mit Wasserstoff, indem man es als Kathode in ein Becherglas bringt, das mit einem stark verdünnten Elektrolyten (Phosphorsäure) gefüllt wird. Man elektrolysiert mit schwachem Strom längere Zeit (über Nacht), reibt dann das Blech mit Filtrierpapier sauber, schmilzt es in einen Ansatz der Apparatur ein und evakuiert. Beim Erwärmen auf 100 bis 200^0 werden dann erhebliche Mengen von Wasserstoff abgegeben, der gleichfalls vollkommen frei von allen Verunreinigungen ist.

Auch die elektrolytische Herstellung liefert (an der Kathode) reines Gas, das nur durch Spuren von Sauerstoff (und Wasserdampf) verunreinigt ist. Als Elektrolyt dient dabei zweckmäßig eine 15- bis 30 %ige Natronlauge, als Elektroden Nickelblech.

Gaede [2]) beseitigt die Verunreinigung durch Sauerstoff mittels einer „Spülelektrode". Seine Anordnung besteht aus einem U-Rohr, in dessen einem Schenkel (ziemlich tief) die Kathode sitzt, im anderen Schenkel die Anode und darunter eine zweite Kathode. Die von dieser aufsteigenden Wasserstoffbläschen waschen den Sauerstoff aus dem Elektrolyten heraus. Niese [3]), Wulff [4]) und Schuh [5]) haben Wasserstoffentwicklungsapparate angegeben. Niese verwendet zwei ineinandergestellte Glastöpfe, der innere enthält die Kathode, der äußere Spülelektrode und Anode. Stromstärke 20 bis 30 Amp. — Für geringen Gasbedarf verwendet der Verfasser ein U-Rohr (80 cm Schenkellänge) und elektrolysiert mit schwachem Strom z. B. über Nacht. Der Wasserstoff drückt die Kalilauge in eine Flasche, in welche der eine Schenkel des U-Rohres mündet und welche die Anode enthält. Wenn die Kathode nicht mehr eintaucht, schaltet sich der Strom von selbst aus. — Reinen Wasserstoff erhält man auch durch Einwirkung von Kali- oder Natronlauge auf sehr reines (!) Aluminium.

---

[1]) Die Konstruktionsangaben verdanke ich Herrn Dr. H.-J. Höfert.
[2]) Gaede, W., Ann. d. Phys. 41, 302, 1913.
[3]) Niese, G., Phys. ZS. 24, 12, 1923.
[4]) Wulf, O. R., Journ. Opt. Soc. Amer. 15, 119, 1927.
[5]) Schuh, H., ZS. f. phys. chem. Unterr. 44, 79, 1931.

Bei Wasserstoff hängt bekanntlich das Verhältnis der Intensität des Atomspektrums (Balmerserie) zu der des Molekül- (Viellinien-) Spektrums sehr von der Art der Röhre ab. Die Entladung spaltet zwar die Moleküle in Atome, aber diese rekombinieren sich an der Glaswand und an den Elektroden. Wünscht man das Serienspektrum stark, so muß man nach Wood[1]) ein langes Rohr nehmen und dessen Wände durch Sauerstoff „vergiften", d. h. sie feucht machen, z. B. durch dickflüssige Phosphorsäure, oder einfacher, feuchten Wasserstoff oder sogar nur Wasserdampf verwenden. Lau und Reichenheim[2]) verringern die freie Weglänge der erzeugten Atome dadurch, daß sie dem Wasserstoff von 0,2 mm Druck Neon von 2 mm Druck zusetzen und an der entgasten Glaswand vorher Argon adsorbieren lassen.

Wünscht man umgekehrt das Molekülspektrum (oder die kontinuierlichen Spektren) stark, so verwendet man scharf getrockneten Wasserstoff, entgast die Rohrwand sorgfältig oder überzieht sie mit einer ganz schwachen (noch gut durchsichtigen) Silberschicht.

Atomaren Wasserstoff erhält man auch dadurch, daß man das Gas an einer weißglühenden Wolframspirale vorbeistreichen läßt. Kroepelin und Vogel[3]) beschreiben eine derartige Anordnung: Der Gasdruck betrug einige cm Hg, die Strömungsgeschwindigkeit 4 Liter/Std., die elektrische Leistung 130 Watt.

Eine Apparatur zur Elektrolyse kleiner Mengen schweren Wassers zur Herstellung von Deuterium wurde von Slack und Ehrke[4]) gebaut, eine Diffusions-Anordnung zur Trennung von H_2^2 und H_2^1 von Hertz[5]) beschrieben. Andere Methoden bei Klemenc (l. c.). Auch Deuterium kann von anderen Gasen mittels Diffusion durch Palladium getrennt werden.

Die Herstellung von Parawasserstoff nach der Methode von Bonhoeffer und Harteck[6]) findet sich gleichfalls bei Klemenc.

b) Sauerstoff. Durch die oben angegebene Elektrolyse (einer gesättigten Bariumhydroxydlösung) erhält man an der Anode sehr

---

[1]) Wood, R. W., Phil. Mag. **44**, 538, 1922.
[2]) Lau, E., und Reichenheim, O., ZS. f. Phys. **73**, 31, 1931.
[3]) Kroepelin, H. und Vogel, E., Naturwiss. **20**, 821, 1932.
[4]) Slack, C. M. und Ehrke, L. F., Rev. Scient. Instr. **8**, 39, 1
[5]) Hertz, G., Naturwiss. **21**, 884, 1933; vgl. auch Clusius ZS. f. phys. Chem. (B) 1939.
[6]) Bonhoeffer, K. F. und Harteck, P., S.-B. Pr. Akad. Berlin 1929, S. 103; ZS. f. phys. Chem. (B) **4**, 113, 1929; **5**, 292, 19

reines Gas; Verunreinigungen außer Wasserdampf: etwas Wasserstoff, der durch den Elektrolyten von der Anode herüberdiffundiert und durch die „Spülelektrode“ beseitigt werden kann.

Erhitzt man 20 bis 100 g durch Sieben staubfrei gemachtes, reinstes Kaliumpermanganat in einem einseitig verschlossenen Glasrohr auf 200 bis 240° C, so erhält man Sauerstoff, der nur durch etwas Staub und durch Kohlendioxyd verunreinigt ist. Der Staub wird durch vorgelegte Asbestwolle, das CO_2 durch festes Ätzkali beseitigt; der Sauerstoff ist dann sehr rein. Eine extreme Reinigung des so dargestellten Sauerstoffs beschrieben Stock und Ritter[1]).

Ähnlich wie Wasserstoff durch glühendes Palladium, diffundiert Sauerstoff durch glühendes Silber. Diese elegante, von Taylor[2]) angegebene Methode ist ganz analog der oben für Wasserstoff beschriebenen. Da man die Silberröhrchen nicht in Glas einschmelzen kann, verschweißt man sie mit einem Stückchen Platinrohr. Derartige Röhrchen können von Heraeus (Platinschmelze) bezogen werden. Zum Einlassen von Sauerstoff werden sie in einem elektrischen Öfchen (Platindrahtwicklung) auf 600° C erhitzt. Die Ausbeute ist nicht so groß wie bei Palladium.

c) **Stickstoff.** Für viele spektroskopische Zwecke genügt es, Luft zu verwenden, der man den größten Teil des Sauerstoffs entzogen hat. Man entnimmt die Luft einem Kolben, in dem sich etwas weißer Phosphor und Wasser befindet und trocknet das Gas, z. B. durch Abkühlung.

Sehr reinen (und vor allem sauerstofffreien) Stickstoff erhält man durch Zersetzung der Acide, besonders Natriumacid (NaN_3), das bei 280° C in Natrium und Stickstoff zerfällt. 2 g NaN_3 ergeben 1 Liter N_2 von Atmosphärendruck. Da die Acide zur Explosion neigen, empfiehlt sich eine von Justi[3]) angegebene Anordnung (Abb. 31). Wesentlich ist daran das Rohr *c*, in das nur soviel Acid eingefüllt wird, daß der Boden eben bedeckt ist. Nach der Evakuierung der Apparatur darf *c* vorsichtig (im elektrischen Ofen) ausgeheizt werden (Maximaltemperatur 250°!). Dann erhitzt man mit kleiner Handgebläseflamme eine ringförmige Stelle bis die Gasentwicklung einsetzt und das Natrium wie eine Staubwolke

---

[1]) Stock, A. und Ritter, G., ZS. f. phys. Chem. **124**, 204, 1926.
[2]) Taylor, J. B., Rev. Scient. Instr. **6**, 243, 1935.
[3]) Justi, E., Ann. d. Phys. **10**, 985, 1931.

entweicht. Sofort entfernt man die Flamme, bis die Gasentwicklung aufgehört hat. So zersetzt man schrittweise, von rechts nach links fortschreitend, jeweils kleine Mengen des Salzes. Das Natrium setzt sich in dem Kolben *g* ab, der Stickstoff wird zeitweise durch Öffnen des Hahnes *d* nach *e* geleitet. Man achte darauf, daß bei plötzlichem Überdruck das Rohr *c* nach links herausfliegen würde.

Eine Reihe physikalischer und chemischer Methoden zur Prüfung der Reinheit von Stickstoff und Argon, von denen allerdings manche erhebliche Gasmengen erfordern, beschrieb Heyne[1]).

Die schärfste Kontrolle für Verunreinigungen von Stickstoff durch elektronegative Gase ist nach Elzin[2]) das Nachleuchten nach dem Durchgang elektrischer Entladungen (bei niedrigem Druck): Nach

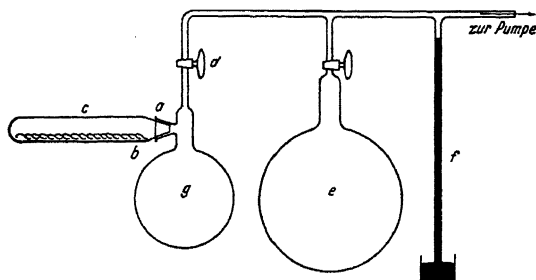



Abb. 31. Herstellung von Stickstoff aus Natriumacid (nach Justi)

den Messungen von Pirani und Lax[3]) leuchtet ganz reiner Stickstoff nicht nach, das Leuchten wird von $5 \cdot 10^{-5}$ bis 10^{-3} % stärker und hört auf, wenn die Verunreinigungen 10^{-2} % und mehr betragen.

d) Chlor. Kleine Mengen von reinstem Chlor erhält man nach Travers durch Erhitzen von Goldchlorid im Vakuum.

Die Zersetzung von (konzentrierter, luftfreier) Salzsäure durch Braunstein oder Kaliumpermanganat liefert ein Gas, das durch etwas (0,5 %) Sauerstoff verunreinigt ist. Günstiger (0,1 %) verhält sich Natriumbichromat. — Tropftrichter mit fein ausgezogener Spitze; Glasschliffe; Kühlung des Kolbens. Näheres bei Klemenc. Mit Hilfe von flüssiger Luft läßt sich Chlor verhältnismäßig leicht durch fraktionierte Destillation reinigen.

---

[1]) Heyne, G., ZS. f. techn. Phys. 6, 290, 1925.

[2]) Elzin, J. A., ZS. f. Phys. 82, 620, 1933.

[3]) Pirani, M. und Lax, E., Wiss. Veröffentl. a. d. Siemenskonzern 2, 203, 1922.

e) **Kohlendioxyd.** Reines Natriumbicarbonat liefert beim Erwärmen auf etwa 100° C sehr reines CO_2 und viel Wasserdampf, der in einem mit Eis gekühlten Rohr verdichtet wird. Weitere Trocknung durch konz. Schwefelsäure.

f) Die Edelgase **Helium, Neon, Argon, Krypton** und **Xenon** bezieht man heutzutage am besten und einfachsten in Stahlflaschen oder „spektroskopisch rein" in zugeschmolzenen Glasbehältern von der „Gesellschaft für Lindes Eismaschinen, Höllriegelskreuth bei München", oder von der Chemischen Fabrik „Griesheim Elektron" in Griesheim. Die Glasbehälter von Linde besitzen ein mit einer dünnwandigen kleinen Glaskalotte verschlossenes Ansatzrohr. In dieses läßt man ein Stück Eisen gleiten und verschmilzt dann das Rohr mit der Apparatur. Nach dem Evakuieren zertrümmert man die Kalotte mittels des durch einen Magneten gehobenen Eisenstückes.
Kleine Mengen von Helium (einige cm^3 von Atmosphärendruck) kann man durch Erhitzen (300 bis 400° C) von einigen Gramm Cleveit, Monazit oder Thorianit im Vakuum oder besser[1]) in einer Wasserstoffatmosphäre herstellen. Die Reinigung von Helium ist besonders einfach, weil es von gekühlter Aktivkohle (S. 103) bedeutend weniger absorbiert wird als alle anderen Gase. Über die hierbei praktische Verwendung der Quecksilberpumpe als Zirkulationspumpe vgl. S. 79.

Befreiung der Edelgase von chemisch angreifbaren Gasen.

Die älteren Verfahren von Soddy[2]), Hempel[3]) und Gehlhoff[4]) sind in der letzten Auflage dieses Buches beschrieben. — Neuerdings hat Weizel[5]) eine Anordnung beschrieben, die von Leybold betriebsfertig bezogen werden kann. Das zu reinigende Gas wird dabei unter einem Druck von 4 bis 5 mm Hg durch eine

[1]) Chlopin, V., Herling, E. und Joffé, E., Nature **133**, 28, 1934. Die Ausbeute bei 500° war im Vakuum 10 %, in Wasserstoff von 500 mm Druck 60 % (bei Pechblende).
[2]) Soddy, F., Proc. Roy. Soc. London (A) **78**, 429, 1907; vgl. auch Brandt, Diss. Leipzig 1915; ferner Meggers, W. F. und Burns, Keivin, Scient. Pap. Bureau of Stand. **18**, 185, 1922.
[3]) Hempel, W., Gasanalytische Methoden, 4. Aufl. Braunschweig, 1913.
[4]) Gehlhoff, G., Verh. d. Deutsch. Phys. Ges. **13**, 271, 1911.
[5]) Weizel, W., ZS. f. techn. Phys. **19**, 146, 1938.

kräftige Gasentladung zwischen Magnesiumelektroden hindurchgeleitet. 380 Volt, ½ bis 1 Amp. Wasserkühlung. Reinigungsdauer: 10 bis 20 Min.
Zur Reinigung größerer Mengen von Edelgas hat sich in unserem Institut folgendes Verfahren gut bewährt: Vorreinigung im Calcium-Lichtbogen nach Born[1]). 220 Volt, 2 Amp. Gasdruck bis 100 mm Hg. Horizontal angeordnete Calciumstäbe, die magnetisch zur Berührung (Zündung des Bogens) gebracht werden können. Der Bogen brennt gut, solange das Gas noch nicht ganz rein ist. Wenn seine Ansatzstelle die Tendenz zeigt, auf den Calciumstäben entlang zu kriechen, wird das Gas in der von Voorhis und Pike[2]) angegebenen Weise in einer Entladung zwischen einer Anode und einer Kathode aus „Mischmetall"[3]) weitergereinigt. Ein Eisentopf (10 mm hoch, 25 mm Durchmesser) wird im Vakuum bei 1000° C ausgeheizt und dann mit dem Mischmetall gefüllt. Dieses wird im Vakuum niedergeschmolzen. — 220 Volt, 0,25 bis 1 Amp., die Kathode muß rotglühen. Die Entladung kann ohne Aufsicht wochenlang brennen. Die Reinigung dauert etwa eine Woche.
Gelegentlich findet man in der Literatur die Bemerkung, daß sich edelgasgefüllte Entladungsröhren bei längerem Betrieb von selbst reinigen.
Literatur über die Befreiung eines Edelgases von den übrigen Edelgasen findet sich bei Klemenc. Sie erfolgt meist durch fraktionierte Destillation.

6. Evakuierung durch gekühlte Kohle oder Silicagel. — „Getter"

Trotz der großen Fortschritte im Bau von Quecksilber- und Öldiffusionspumpen behauptet das alte Verfahren von Dewar (1904), das Vakuum durch Adsorption der Gasreste an Kohle zu erzeugen, die auf die Temperatur der flüssigen Luft abgekühlt ist, für gewisse Sonderfälle seinen Platz. Wenn etwa ein Vakuumgefäß, das mit aufgekitteten Fenstern versehen ist und deshalb nicht ausgeheizt werden kann (Vakuumthermoelement), von der Pumpe abgeschmolzen werden muß, um es beweglich zu machen,

[1]) Born, F., Ann. d. Phys. **69**, 473, 1922.
[2]) Voorhis, C. C. van und Pike, E. W., Rev. Scient. Instr. **5**, 367, 1934.
[3]) Das Cer-Mischmetall kann für derartige wissenschaftliche Zwecke von der I. G. Farbenindustrie A.-G., Verkaufsgemeinschaft Chemikalien, Abt. M/Metalle, in Berlin-Halensee I, bezogen werden.

ist die Kohle das gegebene Hilfsmittel. Auch wenn man die Pumpe wegen einer geringfügigen Gasabgabe nicht tage- und nächtelang arbeiten lassen möchte, kann das Dewarsche Verfahren empfohlen werden, denn die flüssige Luft hält sich in 2 Liter-Vakuummantelflaschen etwa 1 Woche lang. In manchen Fällen kann auch ein Kohlegefäß parallel zu einer Pumpe an den Rezipienten geschaltet werden, um der Pumpe bei einer plötzlichen Gasabgabe zu helfen. Das mit Kohle erreichbare Vakuum ist mindestens ebenso hoch wie bei den besten Pumpen und die Verbindungsrohre können hier kurz und weit gehalten werden. Ferner ist die Anordnung frei von den kleinen Erschütterungen einer arbeitenden Hg-Pumpe. In manchen Fällen ist die selektive Adsorption einzelner Gase erwünscht: Schließt man etwa an das eine Ende eines 1 m langen, 8 mm weiten, mit etwa 30 g Kohle gefüllten Rohres (Spirale!) ein Geißlerrohr, kühlt und läßt am anderen Ende langsam Luft einströmen, so erhält man im Geißlerrohr bis zu einem Druck von mehreren mm Hg praktisch reines Helium-Neongemisch (Vorlesungsversuch!).

Die Wirkung der Kohle beruht auf ihrer Porosität. Unter plausiblen Annahmen darf man einer Menge von 1 g eines guten Präparates eine Oberfläche von 33 m^2 zuschreiben!

In früheren Zeiten stellte der Physiker die Kokosnußkohle, die nach Dewar am wirksamsten ist, selbst her. (Rezept z. B. in der 2. Auflage dieses Buches). Heutzutage wird man besser die käuflichen Präparate verwenden.

Nach Chaney besteht das Problem der Herstellung aktiver Kohle darin, Methoden zu ersinnen, um die Kohlenwasserstoffe, die sehr feste Verbindungen mit der Kohle bilden, im Augenblick ihrer Entstehung zu entfernen. Während des Krieges wurde die technische Herstellung stark absorbierender Kohle zur Füllung der Einsätze von Gasmasken ausgearbeitet, wovon nun auch die Hochvakuumtechnik Nutzen zieht.

Zwei Präparate sind besonders geeignet: die Aktivkohle „Carbotox IV Spezial" der Lurgi-Ges. (Bezugsquellenverzeichnis Nr. 71) und die von Winkler[1]) empfohlene Kokosnußkohle der I. G. Farbenindustrie. (Die von Husung[2]) untersuchte Noritkohle ist, als ausländisches Erzeugnis, schwer erhältlich.)

---

[1]) Winkler, O., ZS. f. techn. Phys. 14, 319, 1933.
[2]) Husung, E., ebenda 17, 289, 1936.

Literatur über den Adsorptionsvorgang von Gasen und Gas gemischen findet sich in den erwähnten Arbeiten von Winkler und von Husung.

Ehe man die Kohle in das Vakuumrohr einbringt, muß man sie von den erheblichen Wassermengen, die sie okkludiert enthält, befreien. Dies geschieht z. B. in einem Glasrohr ähnlich einer Ausfriertasche, in dem man die Kohle auf etwa 200° erhitzt, während ein langsamer Stickstoffstrom den Wasserdampf fortspült. Dann bringt man einige (3 bis 10) Gramm Kohle in ein an der Apparatur angesetztes, 2 bis 3 cm weites, etwa 20 cm langes, unten geschlossenes Rohr. Sie muß nun wieder im Vakuum ausgeheizt werden. Genügt für den Versuch ein Vakuum von 10^{-4} bis 10^{-5} mm Hg, so erwärmt man das Kohlegefäß, während die Pumpe arbeitet, mit der flatternden Flamme des Bunsenbrenners einige Minuten lang auf 100 bis 200°. Die Kohle gibt dabei große Mengen Gas ab. Will man später ein möglichst hohes Vakuum erreichen, so muß man (am besten mit einem kleinen elektrischen Ofen) 1 bis 2 Stunden lang eine Temperatur von 300 bis 400° C erzeugen, bis die Gasabgabe (praktisch) aufgehört hat. Am besten ist es, man bereitet zwei Kohlegefäße vor, heizt beide einige Minuten aus und bringt dann das eine in flüssige Luft, während das andere längere Zeit (über Nacht) auf einer Temperatur von 150 bis 250° belassen wird. Die gekühlte Kohle saugt die Gase aus der erwärmten ab und wird später durch Abschmelzen ausgeschaltet.

Nach steigender Adsorption geordnet folgen die Gase: Helium — Neon und Wasserstoff — (Stickoxyde ?) — alle übrigen Gase. Wasserstoff wird stark von gekühltem Palladiumschwamm adsorbiert. Sabalitschka [1]) hat ein Rezept zur Imprägnierung von aktiver Kohle mit Palladium angegeben, das im Wienschen Handbuch Bd. 8/II (Beitrag von Glaser) wiedergegeben ist. Das Verfahren erhöht die Wasserstoffadsorption auf das Zehnfache. — Tantal nimmt erst über 500° Wasserstoff auf.

Kohle mit flüssiger Luft (flüssigem Sauerstoff!) getränkt ist ein unter dem Namen Oxyliquid bekannter Sprengstoff. Das muß man bedenken, wenn das Kohlegefäß beim Eintauchen in die flüssige Luft springt. Wenn auch zur Detonation eine kräftige Initialzündung nötig ist, muß man immerhin vorsichtig sein.

17

---

[1]) Sabalitschka, Th., Ber. d. Deutsch. pharm. Ges. **265**, 416, 1927.

Diese Gefahren vermeidet der zweite hochadsorbierende Stoff, das Kieselsäuregel („**Silicagel**", Bezugsquelle: Verzeichnis Nr. 46). Das Präparat, das aus Körnchen ähnlich wie Rollgerste besteht, wird wie die Aktivkohle vorbehandelt (gibt auch so viel Wasser ab!) und im Vakuum bei 300 bis 350° C ausgeheizt. Die Meinungen, ob Kohle oder Silicagel vorzuziehen sei, sind geteilt. Jedenfalls ist dieses trotz des höheren Preises durchaus konkurrenzfähig und ergänzt nach Glaser (l. c.) die Eigenschaften der Kohle, indem es z. B. Stickoxyde in großen Mengen aufnimmt. Dagegen adsorbiert es nach Winkler (l. c.) den Wasserstoff nicht so stark wie Kohle.
In der Röhrentechnik benutzt man die Gasaufzehrung durch einige Metalle, die man „**Getter**" nennt, zu einer nachträglichen Evakuierung des abgeschmolzenen Rohres. Man bringt z. B. ein kleines Stückchen Magnesium an der „Halterung" der Elektroden einer Verstärkerröhre an, pumpt und heizt aus, bis der Druck auf etwa 10^{-6} mm Hg gesunken ist. Dann wird das Magnesium durch Wirbelstromheizung verdampft. Es schlägt sich als Spiegel auf der Wand des Rohres nieder. Man schmilzt ab und ionisiert die Gasreste, indem man bei kleinem Emissionsstrom 200 bis 300 Volt anlegt. Dadurch sinkt der Druck auf einen mit dem Ionisationsmanometer nicht mehr meßbaren Wert (10^{-9} bis 10^{-10} mm Hg). — Unter der Bezeichnung „Pastillen" liefern die Deutschen Edelstahlwerke reines Barium in Kupfermantel, als abgewogene Stücke von 110, 60 oder 30 mg; als „Tabletten" kleine Stückchen von Barium-Strontium-Magnesiumlegierungen ohne Schutzmantel. Vgl. „*Espe-Knoll*" und Mönch (l. c.).

7. Wo liegt die Undichtigkeit?

Das Suchen nach einer geringen Undichtigkeit, welche die Erreichung eines hohen Vakuums verhindert, kann sehr viel wertvolle Zeit wegnehmen. Erleichtert wird die Auffindung, wenn sich einzelne Zweige der Anordnung durch Hähne abschließen lassen, so daß die undichte Stelle wenigstens roh lokalisiert werden kann. Im Zweifelsfalle pflegt die Undichtigkeit am wahrscheinlichsten an einer Kittung, einem Hahn oder Schliff, in zweiter Linie an einer Einschmelzstelle zu liegen; sehr selten ist sie durch eine Pore im Glas bedingt. Möglicherweise wird sie nur vorgetäuscht durch starke Gasabgabe, z. B. von Kohle. Häufig erkennt man die Undichtigkeit daran, daß das Leuchten in einem Entladungs-

rohr oder in der mit dem Hochfrequenzapparat (S. 30) zum Leuchten erregten Vakuumleitung nicht das fahle, grünlich weiße Licht der frei werdenden Kohlenwasserstoffe zeigt, sondern die für Luft charakteristischen Farben (rotbraunes positives Licht, blaues Licht an der Kathode). Für diesen Fall hat Selényi[1]) eine ausgezeichnete Methode angegeben: Man bringt die Stelle, auf die man Verdacht hat, in eine Kohlensäureatmosphäre, indem man über den Schlauch eines Kohlensäureentwicklungsapparates und die fragliche Stelle eine kleine „Gasmaske“ aus Leukoplast (Pflaster), Ölpapier oder Glasrohr baut. Sowie das Gas eindringt, schlägt das Licht der Entladung von rötlich in weißlichgrün um. Da schon ein kleiner Zusatz von CO_2 zu Luft eine Farbänderung erzeugt, kann man, wie Webster betont, nach dieser Vorschrift auch mehrere gleichzeitig vorhandene Löcher nacheinander entdecken. Ist das Loch so klein, daß das Gas in der Leitung nicht mehr leuchtet, wenn die Pumpe in Betrieb ist, so sperrt man nach Webster die Verbindung zu dem Vorvakuumkolben und prüft das Leuchten zwischen Pumpe und Absperrhahn.

Diese Methode geht so vorzüglich, daß die älteren nur kurz erwähnt seien: Man benetzt die verdächtige Stelle mit Alkohol oder Wasser. Auch hier schlägt die Farbe der Entladung um, aber bei feinen Kanälen dauert das Eindringen der Flüssigkeit ziemlich lange Zeit (eine halbe Minute), und vielleicht ist man dann schon mit der Prüfung der nächsten Stelle beschäftigt. — Poren im Glas, die, wie erwähnt, nur selten vorkommen, findet man leicht, wenn man mit der Elektrode des Hochfrequenzapparates an der Leitung entlang streift. Kommt man in die Nähe des Loches, so schlagen feine Fünkchen von großer Flächenhelligkeit durch den Kanal ins Innere des Rohres. — Man läßt Luft in die Apparatur, kittet auf die fragliche Stelle ein Entladungsröhrchen, evakuiert dieses und prüft, ob es dicht ist. — Man setzt die Apparatur unter (inneren) Überdruck, bepinselt die verdächtigen Stellen mit Seifenwasser und sieht zu, wo sich Blasen bilden.

18

Wenn man alle fraglichen Stellen mit Cellonlack oder alkoholischer Schellacklösung oder heißem Wachs-Kolophoniumkitt überstreicht, wird man mit großer Wahrscheinlichkeit die Undichtigkeit schließen.

[1]) Selényi, P., ZS. f. Phys. 48, 733, 1928; ferner: Webster, D. L., Rev. Scient. Instr. 5, 42, 1934.

8. Das Abschmelzen evakuierter Röhren

Man erwärmt in einer kleinen Handgebläseflamme (so groß wie die eines Zündholzes) die verjüngte, dickwandige „Abschmelzstelle", bis sie langsam vom äußeren Luftdruck zusammengepreßt wird, so daß sich das Lumen schließt. Dabei soll das Glas noch möglichst zähflüssig sein, damit es nicht etwa tropfenförmig eingedrückt wird. Dann zieht man das Rohr 3 bis 4 cm weit ab, erhitzt das entstandene kleine Glasstäbchen auf helle Glut, bis es durchschmilzt und erzeugt durch weiteres scharfes Erhitzen ein kleines Kügelchen. Zuletzt kühlt man sorgfältig in der leuchtenden Flamme. Das Abschmelzen (Abstechen) läßt sich so zwar schnell und einfach ausführen, es ist aber folgendes dabei zu beachten:

a) Die Abschmelzstelle wird noch etwas Gas abgeben, da sie während des Evakuierens nie so stark erhitzt worden war als beim Abschmelzen. Deshalb soll man sie schon früher einigemal fast bis zur Erweichung erhitzen; beim Abschmelzen hochevakuierter Röhren möglichst langsam erhitzen und dabei die Pumpe arbeiten lassen. Dunoyer gibt folgendes Zahlenbeispiel an: In einem Rohr stieg der Druck von $1 \cdot 10^{-6}$ mm vor auf $250 \cdot 10^{-6}$ mm nach dem raschen Abschmelzen, bei langsamem Abschmelzen dagegen von $1 \cdot 10^{-6}$ nur auf $10 \cdot 10^{-6}$ mm. Wenn dieses Vakuum nicht genügt, muß man nachträglich Getter anwenden (S. 104).

b) Beim Aufbau des zu evakuierenden Rohres muß man berücksichtigen, daß es später, beim Abschmelzen, einige Zentimeter weit abgezogen werden muß. Läßt sich das (z. B. beim Abstechen einer großen „Thomsonkugel") nur sehr schwer ermöglichen, so läßt sich vielleicht die Pumpe so aufbauen, daß sie zurückgezogen werden kann. Schlimmstenfalls schmilzt man zum Beginn des Abstechens senkrecht zur Rohrachse ein Glasstäbchen an und zieht mit dessen Hilfe das Glas seitlich heraus.

9. Glühkathoden

Die Elektronenemission glühender Körper ist durch die Entwicklung der Radioindustrie ein Problem von großer technischer Bedeutung geworden. In diesem Abschnitt beschränken wir uns jedoch auf praktische Hinweise für den Physiker, der eine Glüh-

kathode z. B. für ein Röntgenrohr oder für Versuche mit „Fadenstrahlen“ benötigt und verweisen im übrigen auf die unten angegebenen zusammenfassenden Abhandlungen über diese Materie. Besonders auf dem Gebiete der Oxydkathoden wurde in den Industrielaboratorien eine enorme Entwicklungsarbeit geleistet, um diese Elektronenquelle so wirtschaftlich wie nur möglich zu

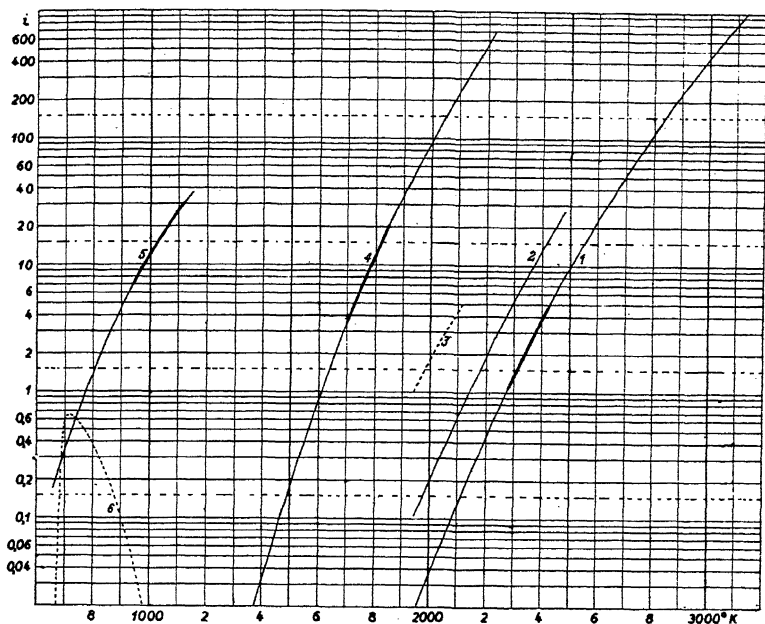



Abb. 32. Elektronenemission verschiedener Körper als Funktion der Temperatur (Erklärung im Text)

gestalten. Begreiflicherweise würde die Herstellung „konkurrenzfähiger“ Kathoden ein großes Maß von Erfahrung voraussetzen, auch werden die besten Rezepte von den Firmen geheimgehalten. Immerhin aber erhält man nach den unten angegebenen Vorschriften stark emittierende Schichten, die sich bei zahlreichen experimentellen Arbeiten gut bewährt haben.

Abb. 32, die ein Diagramm von Simon[1]) zur Grundlage hat, gibt einen Überblick über die wichtigsten zur Herstellung von

[1]) Simon, H., ZS. f. techn. Phys. 8, 434, 1927.

Glühkathoden benutzten Materialien und über die Stromstärken in Milliamp. pro mm² glühender Fläche, die sie bei der absoluten Temperatur *T* Grad Kelvin emittieren. Die technisch benutzten Arbeitsgebiete sind durch Verdickung der Kurven kenntlich gemacht. Und zwar gibt: Kurve 1 reines Wolfram (*a*). Die Kurve für Molybdän würde sehr nahe rechts von ihr verlaufen (*a*). — 2: Tantal (*a*). — 3: Niob (*b*). — 4: Thoriertes Wolfram (*a*). — 5: Bariumoxydschicht (*c*). — 6: Wolfram mit Sauerstoff-Caesiumschicht (*d*). Die Daten sind entnommen: *a*) aus dem Beitrag von H. Simon im Wienschen Handbuch der Experimentalphysik, Bd. 13/2, S. 285—337; *b*) umgerechnet aus S. Ganswindt und K. Matthies, ZS. f. techn. Phys. 15, 25, 1934, unter der Annahme, daß Niob dieselben optischen Strahlungseigenschaften besitzt wie Wolfram und Tantal; *c*) aus der obenerwähnten Veröffentlichung von Simon; *d*) nach J. A. Becker, Phys. Rev. 28, 341, 1926. — Ähnliche Kurven bei „*Espe-Knoll*".

Von den reinen Metallen kommt im physikalischen Laboratorium wohl nur **Wolfram** in Betracht, das sich vor den Kathoden mit einer hochemittierenden Oberflächenschicht durch die Konstanz der Emission während langer Betriebszeiten, die Unempfindlichkeit gegen geringe Gasspuren und die Gleichmäßigkeit der einzelnen Kathoden auszeichnet. Daß Wolframkathoden infolge der Strahlungsverluste bei den hohen Arbeitstemperaturen weniger wirtschaftlich sind als Oxydkathoden, spielt hier keine Rolle, eher, daß ihre spezifische Emission (mA/mm²) nur $^1/_{10}$ bis $^1/_{50}$ der erstgenannten beträgt. Über die Stromstärken, die zum Heizen der Drähte nötig sind, vgl. S. 16.

Thoriumkathoden werden bekanntlich durch Zusatz von etwa 1 % ThO_2 zu dem Wolframpulver hergestellt, aus dem die Drähte hergestellt werden. Durch kurzes Erhitzen auf Weißglut (2800° K) nach der Entgasung zerfällt das ThO_2, der Sauerstoff verläßt das Metall und der Wolframdraht bedeckt sich (günstigenfalls) mit einer einatomigen Thoriumschicht. Ein für viele Versuchsanordnungen schwerwiegender Nachteil der Thoriumkathoden ist, daß die aktive Schicht durch Ionenbombardement (mehr als 50 e-Volt, für Wasserstoff 500 e-Volt) rasch zerstäubt. Deshalb ist höchstes Vakuum Vorbedingung. Die spezifische Emission der Thoriumkathode ist fünf- bis zehnmal so groß wie die von Wolfram.

Oxydkathoden[1]. Die starke Elektronenemission glühender Erdalkalimetalloxyde wurde bekanntlich schon 1904 von Wehnelt entdeckt. Neuerdings hat es sich gezeigt, daß die niedrige Austrittsarbeit und somit die hohe spezifische Emission nicht von der chemischen Bindung, sondern von dem Metall (Calcium, Strontium, Barium) bestimmt wird: Man erhält vorzügliche Glühkathoden, indem man etwa Barium im Hochvakuum verdampft und den Dampf auf einem Heizdraht (z. B. oxydiertes Wolfram) kondensiert. Da die Erdalkalimetalle sehr oxydabel sind und schwer verdampfen, verwendet man im Laboratorium wohl fast allgemein die Oxyde oder die Carbonate, die später durch Glühen in die Oxyde übergeführt werden. Die Oberfläche einer Oxydkathode besteht wohl aus einer durch thermische Dissoziation entstandenen Metallatomschicht, die immer wieder durch das Ionenbombardement zerstört wird, und für welche die Oxydschicht ein Reservoir darstellt. Oxydkathoden empfehlen sich in den Fällen, wo höchste Stromdichte verlangt wird, wo die Wärme- und die Lichtstrahlung eines weißglühenden Wolframdrahtes und eventuell das Magnetfeld des starken Heizstromes stören würde.

Stark emittierende Schichten erhält man nach folgender Vorschrift[2]: 87 % Bariumcarbonat, 12 % Strontiumcarbonat und 1 % Calciumcarbonat werden mit Paraffinöl zu einem dünnen Brei verrührt und in einer Kugelmühle 24 bis 48 Stunden gemahlen. Man erhält eine sahneähnliche Flüssigkeit, die man einige Zeit stehen läßt und dann von dem Bodensatz abgießt. Benötigt man eine verhältnismäßig große emittierende Fläche, etwa einen Blechstreifen, so taucht man diesen in die Flüssigkeit, läßt abtropfen und erhitzt das horizontal gelegte Blech in einem elektrischen Ofen auf 300 bis 350°, wodurch das Paraffinöl verdampft. Zur Herstellung eines kleinen Fleckes (auf einem Blechstreifen) verwendet man statt des Paraffinöles besser Paraffin, aus dem man dünne Stäbchen formt. Zweckmäßig heizt man die

---

[1]) Vgl. außer den zitierten Veröffentlichungen von H. Simon die zusammenfassenden Berichte von Statz, W., ZS. f. techn. Phys. 8, 451, 1927; Gehrts, A., ebenda 11, 246, 1930; Naturwiss. 20, 732, 1932.

[2]) Müller-Pouillet, Handb., 2. Aufl., Bd. VI, 3, 20; auch Ardenne, M. v., „Die Kathodenstrahlröhre und ihre Anwendungen in der Schwachstromtechnik". Berlin 1933. Arbeitsvorschriften, die sich in der Industrie bewährt haben: besonders bei „*Espe-Knoll*".

beiden Enden des Streifchens, an die die Stromzuführungsdrähte angeschweißt sind, mit zwei Mikroflämmchen, so daß sie heißer sind wie die Mitte (sonst hat der Tropfen die Tendenz, nach den Rändern zu laufen), und bringt mit einem Glasstäbchen ein Stückchen (1 mm^3) Paraffin auf die Mitte des Streifens, wo das Paraffin sofort verdampft.

Nach Patai und Tomaschek[1]) erzeugt man eine gleichmäßige, während des Trocknens und Glühens festhaftende Bedeckung mit Oxyd am besten durch Elektrophorese einer kolloidalen Lösung, z. B. nach folgendem Rezept:

In 100 g Glycerin werden 70 g Bariumhydroxyd [$Ba(OH)_2 + 8 H_2O$] gelöst und bei 95 bis 100° C trockenes CO_2 eingeleitet bis sich alles Hydroxyd in Carbonat umgewandelt hat. Die Lösung wird dann mit dem neunfachen Volumen Wasser verdünnt. — Man elektrolysiert $^1/_2$ bis $2^1/_2$ Minuten mit 12 bis 0,6 mAmp./cm^2 (7 bis 0,8 Volt). — Weitere Vorschriften auch für Ba-Sr-Mischungen in den angeführten Arbeiten.

Oxydschichten, die so dünn sind, daß man sie eben als „Fleck" auf dem Metall erkennen kann, emittieren ebensogut wie dicke Schichten und ihre „Formierung" (siehe unten) ist in wenigen Minuten beendet. Aber sie werden durch das starke Ionenbombardement einer kräftigen Gasentladung bald zerstört. Bei Kathodenstrahlröhren habe ich immer sehr dünne Schichten verwendet und habe sie nie im Laufe der Untersuchung erneuern müssen. Anders verhält es sich mit Kathodenstrahlröhren, die von der Pumpe abgeschmolzen werden und möglichst 1000 Brennstunden aushalten sollen, oder bei Kathoden für starke Gasentladungen. Hier wird man eine Oxydreserve anbringen — entweder nach v. Ardenne[2]) in einer zentralen Bohrung der Kathode, oder durch stärkeres Auftragen des Oxydes. Man sintert dann die Schicht erst bei heller Rotglut (etwa 1000 °C) auf der Unterlage fest, setzt die Kathode in die Apparatur ein, evakuiert und heizt bei etwa 1000° C aus. Dann geht man auf die Arbeitstemperatur (etwa 850° C) zurück und legt das Feld an, bei niedrigen Werten beginnend, und, während die Pumpe dauernd

---

[1]) **Patai, E. und Tomaschek, Z., Kolloid-ZS. 74, 253, 1936; 75, 80, 1936.**

[2]) **Ardenne, M. v., Hochfrequenztechn. u. Elektroakustik 42, 216, 1933.**

arbeitet, steigend. Es dauert eventuell mehrere Stunden, bis die Schicht in Form ist.

Als Unterlage für das Oxyd verwendet man (vakuumgeschmolzenes) Nickel oder besser Platin mit 6 bis 10% Iridium, auf dem die Schicht durch Bildung einer chemischen Verbindung besonders gut haftet.

Der Emissionsstrom von Glühkathoden kann stark verringert sein, wenn das Vakuum Dämpfe von Hahnfett enthält. Deshalb soll man bei derartigen Versuchen Apiezonfette (S. 83) verwenden.

Caesiumkathoden. Die Austrittsarbeit, die für Wolfram 4,5, für thoriertes Wolfram 2,7 und für eine Bariumschicht 1,0 e-Volt

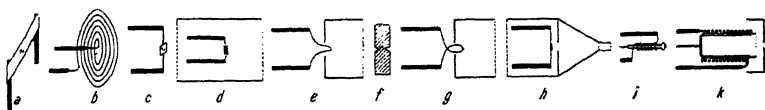



Abb. 33. Verschiedene Formen von Glühkathoden
a) Alte Wehneltkathode. b) Siegbahnsche Spirale. c) Alte Äquipotentialkathode. d) Wendel mit Wehneltzylinder. e) Haarnadelkathode. f) Äquipotentialkathode nach Hertz (Pt-Streifchen). g) Kompensation des Magnetfeldes des Heizstromes. h) Kathode nach Ende. i) Indirekt geheizte Kathode nach Schlesinger. k) Indirekt geheizte Kathode nach Schröter

beträgt, hat für Caesium den niedrigsten bekannten Wert von 0,7 e-Volt. Tatsächlich zeigte Langmuir[1]), daß eine (monoatomare) Caesiumschicht auf oxydiertem Wolfram schon bei Temperaturen von 500 bis 600° C eine starke Emission ergibt. Steigert man die Temperatur, so geht hier die Emission zurück, weil das Caesium verdampft. Die Caesiumkathode scheint wenig Anwendung gefunden zu haben. In Abb. 32, Kurve 6, sind die Meßpunkte von Becker[2]) eingetragen.

Abb. 33 zeigt die für verschiedene Zwecke gebräuchlichen Ausführungen von Glühkathoden. Der in der Unterschrift erwähnte „Wehneltzylinder" liegt auf demselben Potential wie die Kathode oder auf einem noch etwas stärker negativen Wert und lenkt dadurch die Kathodenstrahlen. Wenn der Potentialabfall

[1]) Langmuir, I. und Kingdon, W., Science 57, 58, 1923.
[2]) Becker, J. A., Phys. Rev. 28, 341, 1926.

auf dem Heizdraht stört, verwendet man die in f) bis k) angegebenen „Äquipotentialkathoden". Die für möglichst punktförmige Quellen geeigneten Formen sind ausführlich in dem zitierten Buch von Ardenne besprochen [1]).

Zur Herstellung der flachen Spiralen aus Wolframdraht verwendet Siegbahn [2]) ein Gerät nach Abb. 34. Eine Schraubenmutter A aus Eisen oder Nickel mit ebener Stirnfläche von etwa 10 mm Durchmesser läßt sich auf eine Schraubenspindel B aufschrauben, so daß sich die Planflächen von A und B berühren. In B ist parallel zur Achse ein Loch gebohrt, das unmittelbar neben der Schraube mündet. Man schraubt die Mutter A ab, steckt in die Mündung des Loches zwei rechtwinklig geknickte Wolframdrähte und schraubt die Mutter wieder auf, so daß die Drähte aus dem Schlitz zwischen A und B herausragen. Dann wickelt man sie gemeinsam zu einer doppelgängigen, den Schlitz ausfüllenden Spirale auf, erhitzt das Gerät kurz zu heller Glut, schraubt A wieder ab und nimmt die beiden ineinandersteckenden Spiralen herunter. Man kann auch einen mit Baumwolle umsponnenen Draht verwenden. Beim Glühen verkohlt die Umspinnung und kann dann entfernt (abgewaschen) werden.

Abb. 34. Herstellung der Siegbahnschen Spirale

Wenn man Kathodenstrahlen in ein Rohr aus Metall hineinschießt, so erwartet man, daß in diesem ein feldfreier Raum besteht. Steward [3]) weist aber darauf hin, daß durch Spuren von organischen Dämpfen isolierende Schichten auftreten können, Shaw [4]) fand im Innern eines Entladungsrohres bei Aluminium Oberflächenpotentiale von 11,8 Volt, bei Gold von 0,45 Volt.

10. Positive Ionen von Metallen

Eine kräftige, langdauernde Emission der positiven Ionen von Na, K, (Rb, Cs), Ba erhält man nach Kunsman und seinen Mit-

---

[1]) Vgl. auch Dobke, G., ZS. f. techn. Phys. **13**, 432, 1932.
[2]) Siegbahn, M., Jahrb. d. Radioakt. u. Elektronik **18**, 257, 1922.
[3]) Steward, R. Lariviere, Phys. Rev. **45**, 488, 1934.
[4]) Shaw, A. E., ebenda **44**, 1009, 1933.

arbeitern[1]) auf folgende Weise: Man schmilzt Eisenoxyd mit 1 bis 3 % vom Oxyd des betreffenden Alkali- oder Erdalkalimetalls zusammen, pulverisiert die Schmelze nach dem Erkalten und trägt das Pulver wie bei der Herstellung einer Oxydkathode auf Platinfolie auf (z. B. mittels Aufschwemmung in Paraffin). Zur Verwendung wird das Oxyd in Wasserstoff teilweise reduziert. Das Verfahren wurde von Nordmeyer[2]) weiterentwickelt. Le Roy L. Barnes[3]) erhielt positive Ionen von Fe, Ni, Cu, Rh, Pt, U und Th, allerdings nur Ströme von 10^{-15} bis 10^{-16} Amp., Powell und Brata[4]) mit Tl, In und Ga, die auf eine Eisenoxydfläche aufgedampft wurden, $2 \cdot 10^{-5}$ Amp. — Koch[5]) ersetzt das Eisenoxyd durch Wolframpulver, das zunächst in der späteren Anode, einem Topf aus Molybdänblech von 2,5 mm Höhe und 1 cm² Fläche, bei 1550° K entgast wird. Man mischt es dann in einer Reibschale mit einigen Volumprozenten Alkalichlorid, füllt wieder ein und formiert. Bei einer Arbeitstemperatur von 1100° K erhielt Koch 35 Stunden lang einen Kaliumionenstrom von $3 \cdot 10^{-6}$ Amp./cm². Maximal $5 \cdot 10^{-5}$ Amp./cm².
Alkaliatome, die auf eine glühende Fläche treffen, geben dort ihr Valenzelektron ab und verlassen die Fläche als Ionen. Keck und Loeb[6]) richteten einen Alkali-Atomstrahl auf ein glühendes, auf + 340 Volt aufgeladenes Platinband und konnten so Ionenstrahlen von einer Stromdichte bis zu $2 \cdot 10^{-4}$ Amp./cm² erzeugen, Taylor[7]) verwendet den Effekt zur Durchmessung der Intensitätsverteilung in einem Atomstrahl, in dessen Weg ein feiner glühender Wolframdraht gestellt wird.

Anhang: Hohe Drucke

Im Gegensatz zu der Vakuumtechnik ist das Experimentieren mit Drucken von mehreren tausend Atmosphären zur Zeit nur auf

---

[1]) Barton, H. A., Harnwell, G. P. und Kunsman, C. H., Phys. Rev. **27**, 739, 1926; Kunsman, C. H., Science **62**, 269, 1925. Herstellung der Schmelze: Larson und Richardson, Journ. of Ind. and Eng. Chem. **17**, 971, 1925; Kunsman, C. H., Journ. Frankl. Inst. **203**, 635, 1927.
[2]) Nordmeyer, M., Ann. d. Phys. **16**, 697, 1933.
[3]) Barnes, Le Roy L., Phys. Rev. **42**, 487, 1932.
[4]) Powell, C. F. und Brata, L., Nature **131**, 168, 1933.
[5]) Koch, J., ZS. f. Phys. **100**, 669, 1936.
[6]) Keck, P. und Loeb, L. B., Rev. Scient. Instr. **4**, 486, 1933.
[7]) Taylor, J. B., ZS. f. Phys. **57**, 242, 1929.

wenige Institute beschränkt. Es genüge daher hier, auf den Abschnitt „Technische Hilfsmittel für hohe Drucke“ in Kohlrauschs Lehrbuch hinzuweisen, ferner auf die Arbeiten von P. W. Bridgman und auf seinen ausführlichen Bericht in dem Handbuch der Experimentalphysik von Wien und Harms (Bd. 8/II, S. 245—400), in dem auch technische Einzelheiten, z. B. die Herstellung von Dichtungen für Drucke bis zu 30000 Atm. ausführlich beschrieben sind.

Erwähnt sei ein Vorschlag von Poulter [1]), der ein Glasfenster an dem Druckgefäß in folgender Weise anbringt: Das Planfenster ist bei 12 mm Durchmesser 8 mm dick. Es wird durch den Druck gegen einen Flansch aus Hochleistungsstahl gepreßt, dessen Fläche optisch plan geschliffen und poliert ist und eine 6 mm weite Bohrung besitzt. Poulter vermeidet also (bei Drucken bis 30000 Atm.) jedes Dichtungsmittel, das zu unregelmäßiger Deformierung des Fensters Anlaß geben soll.

---

1) Poulter, Th. C., Phys. Rev. 35, 297, 1930.

VI. Dünne Folien, feine Drähte, Quarzfäden

1. Blattmetall

Einige duktile Metalle lassen sich durch Hämmern zwischen Blättern aus Pergament oder Goldschlägerhaut (siehe S. 120) zu sehr dünnen Folien verarbeiten. Dieses Verfahren war übrigens schon den alten Ägyptern und Griechen bekannt, und aus einer Angabe von Plinius folgt, daß das römische Blattgold etwa 1 μ dick war [1].

Vorzugsweise werden Gold- und Aluminiumfolien hergestellt, auch Kupfer-, Tombak- und Silberfolien. Die erstgenannten sind in jeder Blattmetallhandlung käuflich. Die Dicke von Kupfer- und Aluminiumfolien verschiedener Herkunft ergab sich ziemlich gleichmäßig zu etwa 0,5 μ; die Dicke von Blattgold schwankt zwischen 0,14 und 0,09 μ. Diese Folien besitzen, wie eine Prüfung vor der Lampe zeigt, zahlreiche Löcher. Die z. B. für Kathodenstrahlröhren nach Lenard geeignete, noch nicht „garantiert lochfreie" Folie von Leybold-Köln ist 5 μ dick. Die dünnste gewalzte Aluminiumfolie von Heraeus-Hanau, die beim Schütteln schon merklich klirrt wie dünnes Blech, hat gleichfalls eine Dicke von 5 μ.

Platin läßt sich anscheinend nicht durch Hämmern (wie Gold) zu Folien verarbeiten; wenigstens werden solche Folien nicht fabrikmäßig hergestellt. Heraeus stellt gewalzte Platinfolie von 2 μ Dicke her, die noch sehr robust und nahezu lochfrei ist. Für Platinfolien von 5 bis 1 μ empfiehlt sich aber besonders das Wollastonblech von Heraeus, vgl. S. 125.

Seit Faraday (1856) sind viele Vorschläge zur Erlangung dünnster Folien veröffentlicht worden. Gegenwärtig kommen wohl nur zwei Verfahren in Betracht:

a) Nach Lauch und Ruppert [2]) erzeugt man durch Kathodenzerstäubung einen Metallniederschlag auf einer auf Hochglanz

---

[1]) Ausführlicher Bericht über alte und neue Verfahren zur Herstellung von Blattmetall: Müller, C., „Die Umschau" **31**, 869, 901, 1927. Über Blattmetalle, Lametta, feine Drähte u. a. vgl. ferner Jones, R. V., Journ. Scient. Instr. **13**, 282, 1936.

[2]) Lauch, K. und Ruppert, W., Phys. ZS. **27**, 452, 1926.

polierten Platte aus einem Steinsalzkristall. An den Rändern wird eine stärkere Schicht niedergeschlagen dadurch, daß zunächst die Mitte durch ein rundes Plättchen abgedeckt wird. Dann wird dieses (magnetisch) entfernt und die ganze Fläche bis zur gewünschten Stärke bestäubt. Der Kristall wird aus der Vakuumröhre herausgenommen, eine durchlochte Metallscheibe auf den verstärkten Rand der Folie aufgekittet und zuletzt das Steinsalz in langsam und wirbelfrei strömendem Wasser aufgelöst. Durch besondere Kunstgriffe kann man die Folien gut anspannen. Auf diese Weise stellten Lauch und Ruppert Gold-, Platin-, Silber-, Nickel- und Kupferfolien her. Silberhäutchen von 30 mμ Dicke waren sehr elastisch und widerstandsfähig, lochfrei und hochglänzend. Ihr Gefüge soll viel feiner als das von galvanischen Niederschlägen sein.

Das Verfahren wurde von G. P. Thomson sowie von R. Schulze[1]) dadurch verbessert, daß man statt der immerhin kostspieligen und mühsam zu polierenden Steinsalzplatte ein Celluloidhäutchen (vgl. S. 121) benutzt, das sich später leicht weglösen läßt, außerdem werden die Niederschläge jetzt durch Aufdampfen (S. 67) erzeugt. So lassen sich Häutchen (z. B. aus Gold) von 10 mμ Dicke erhalten. Um das Häutchen nicht durch die starke Strahlung des benachbarten Verdampfers zu gefährden, bringt es Pfund[2]) in Kontakt mit Quecksilber, das sich in einem Pulverschächtelchen befindet.

Schulze „verdünnte" fertig im Vakuum montierte Goldfolien von 100 mμ Dicke durch Kathodenzerstäubung bis auf 2 mμ.

b) Dem zweiten Verfahren liegt die Idee zugrunde, ein chemisch schwer angreifbares Metall (Platin, Gold) elektrolytisch als dünnen Überzug auf ein Blech aus chemisch leicht angreifbarem Metall (z. B. Kupfer) niederzuschlagen. Man ätzt dann mit Säure die Unterlage ab und erhält so die dünne Folie. Dieses Verfahren wurde von C. Müller[3]) weiterentwickelt. Da es aber zwecks industrieller Verwertung im In- und Ausland unter Schutz gestellt ist, sind keine genauen Arbeitsvorschriften veröffentlicht. Folien können durch Gebr. Müller, Berlin-Zehlendorf, Gutzmannstr. 30, bezogen werden.

---

[1]) Schulze, R., Phys. ZS. **34**, 27, 1933.

[2]) Pfund, A. H., Journ. Opt. Soc. Amer. **23**, 375, 1933.

[3]) Müller, C., Sitzungsber. d. Preuß. Akad. 1925, S. 464, Nr. 25.

Läßt man (nach Müller) Kohlenoxyd auf solche dünne Nickel- (oder Eisen-)häutchen einwirken, so bildet sich gasförmiges Ni- bzw. Fe-Carbonyl, wodurch die Dicke der Folie beliebig verringert werden kann. Ebenso kann von vergoldeten Nickelhäutchen die Nickelunterlage entfernt werden.

Auf ähnliche Weise stellte Bosworth [1]) Nickelhäutchen her: Das Metall wird elektrolytisch auf polierten Stahlflächen abgeschieden und dann der Überzug mechanisch abgelöst. Die Folien sind 40 bis 640 mμ dick.

Endlich sei auf das Verfahren von Craig [2]) hingewiesen, der dünne Wismuthäute auf Glimmer zur Untersuchung des Halleffektes erzeugte, indem er ein Glimmerblatt in geschmolzenes Wismut eintauchte. Wenn die Temperatur sorgfältig einreguliert ist, erhält man so „erstaunlich dünne und gleichmäßige Folien" (die schon in einem Felde von 1 Gauß einen gut meßbaren Halleffekt ergeben). (Das Verfahren erfordert mindestens einige Übung, da sich das geschmolzene Wismut rasch mit einer dünnen Oxydhaut bedeckt.)

Platinfolie nach Wollaston (bis 1 μ) siehe S. 125.

Metallfolien werden von etwa 300 mμ ab durchscheinend.

Einer Kurvendarstellung in dem Buch von Espe und Knoll entnehmen wir folgende Werte (%) für die Durchlässigkeit von Aluminiumfolie (Lenardfenster) für Kathodenstrahlen von verschiedener Geschwindigkeit:

Foliendicke in μ:			
80 e-kV	90	77	67
40 e-kV	65	40	22

2. Elektrometerblättchen

Als Material für die Blättchen diente früher ausschließlich Goldfolie (echtes Blattgold, Schaumgold), später in der Regel die bequemer zu handhabende Aluminiumfolie. Da sich die spezifischen Gewichte wie 2,6 : 19 verhalten, ist ein Goldblättchen von 0,14 μ bei gleichen Dimensionen ungefähr doppelt so schwer wie ein Aluminiumblättchen von 0,5 μ. Trotzdem verdient das weichere Gold für feinere Messungen den Vorzug vor dem blech-

[1]) Bosworth, R. C. L., Trans. Farad. Soc. 30, 554, 1934.
[2]) Craig, P. H., Phys. Rev. 25, 248, 1925.

ähnlichen, elastischen Aluminium: Aluminiumblättchen zeigen manchmal einen „Cri-Cri-Effekt", d. h. bei gleichmäßiger Abnahme der Spannung springt das Blättchen im Mikroskopgesichtsfeld um einige Skalenteile zurück. (Abhilfe: Ausheizen bei 350°.) Das Blättchen stellt man her, indem man auf ein stramm mit Leder überzogenes, mit Kreide eingeriebenes Kissen ein Blatt der Folie bringt (Luftzug vermeiden!) und mit einem scharfen Messer mit flacher, gerader Klinge das zu verwendende Streifchen (3 bis 4 mm breit) abschneidet. Robustere Folien legt man zwischen zwei Blätter von dünnem, fettfreiem Papier und schneidet mit einer Schere Papier und Folie. Das Streifchen wird auf den Träger gelegt und am oberen Rande festgeklebt. Das Klebemittel darf nach dem Trocknen nicht isolieren, deshalb sind Schellacklösung, Piceïn usw. unbrauchbar. Empfehlenswert ist Eiweiß, wasserfreies Lanolin, Speichel; besonders, weil fest haftend und auch bei scharfer Trocknung genügend leitend — Ohrenschmalz.

Für die bei feineren Messungen übliche mikroskopische Einstellung sind die Ränder von solchen Blättchen zu zackig, auch ist es schwer, auf diese Weise schmale Blättchen von gleichmäßiger Breite zu erhalten. Ein vorzügliches Verfahren hat Beatty[1]) angegeben. Man bereitet vor: Einige Kubikzentimeter reines, womöglich leicht schmelzbares Paraffin, das unter Fächeln mit einer Bunsenbrennerflamme durch Filtrierpapier in ein Reagensglas filtriert (und bei Nichtgebrauch vor Staub geschützt) wird. Das Paraffin wird geschmolzen, einige Tropfen auf eine erwärmte polierte Messingplatte (etwa 30 × 60 × 3 mm) gegossen und durch weiteres Erhitzen auf deren Oberfläche verteilt. Ein Stück (Aluminium- oder Gold-) Folie, etwa 1 × 4 cm, wird auf die erstarrte Paraffinschicht gebracht und durch Erwärmen angeklebt. Gleichzeitig gießt man einige Tropfen Paraffin auf die Oberseite der Folie, bettet sie also völlig in Paraffin ein. Man erwärmt stärker, so daß das Paraffin dünnflüssig wird und läßt durch Kippen der Platte möglichst viel davon abtropfen. Die abwärtsgleitende Folie darf man dabei unbedenklich mit dem Finger auf die Platte drücken. Hierauf läßt man in horizontaler Lage erstarren. Die so vorbereitete Platte wird auf dem Wagen

---

[1]) Beatty, Phil. Mag. 14, 604, 1907; nach Geiger und Makower, „Meßmethoden auf dem Gebiete der Radioaktivität". Braunschweig, 1920.

einer Teilmaschine befestigt und mittels einer in das Reißerwerk gespannten (auf dem Ölstein abgezogenen) Rasierklinge mit sanftem Druck einige 1 bis 3 mm breite Streifen ausgeschnitten. Dann bringt man die Platte in eine (photographische) Schale mit (technischem) Xylol, welches das Paraffin in wenigen Minuten löst. Eines der Blättchen wird unter Xylol mit einer Pinzette auf einen schmalen Streifen steifen Papiers gelegt, mit diesem herausgehoben und in ein zweites Xylolbad gebracht, hierauf in zwei Alkoholbäder und endlich getrocknet.

Aluminium ist, seiner größeren Starrheit entsprechend, wesentlich leichter zu handhaben als Gold.

Mit dem beschriebenen Verfahren lassen sich auch verschiedene andere Zwecke erreichen: Streifen aus Aluminiumfolie von 0,2 bis 0,3 mm Breite sind in Spezialfällen gut als Saiten für Saitengalvanometer (und -elektrometer) geeignet, da sie natürlich eine wesentlich größere Luftdämpfung haben als die sonst verwendeten Wollastondrähte [1]). Sie sollen mit Woodschem Metall ohne Flußmittel auf die verzinnten Träger gelötet werden. 0,1 bis 0,2 mm breite Streifen aus Zinnfolie (Stanniol) bewährten sich als Abschmelzsicherungen für kleine Stromstärken (Minimum: 0,1 Amp.).

3. Glimmer — Quarzglas — Graphit

Glimmer spalten. J. Strong [2]) empfiehlt, die elektrische Aufladung der Spaltflächen — die frisch gespaltene Folien sehr fest aufeinander haften läßt [3]) — durch einen in den Spalt gebrachten Tropfen Wasser zu beseitigen. — Eine Vorschrift, Glimmer mittels einer lanzettförmig zugeschliffenen Nadel unter Wasser in feine Blättchen zu spalten, hat Benedicks [4]) veröffentlicht. Ich finde es zweckmäßiger, die (zuerst in üblicher Weise mit dem Messer gespaltenen) etwa papierdünnen Blätter so zu zerreißen, wie man ein Kartenblatt zerreißt. Dabei erhält man häufig Stückchen bis zu einigen cm² Fläche, die leuchtende Interferenzfarben zeigen und sich im Luftzug kräuseln; hier und da auch einige mm² von

---

[1]) Angerer, E. v., ZS. f. Instrkde. **42**, 1, 1922.

[2]) Strong, J., Rev. Scient. Instr. **6**, 243, 1935.

[3]) Macaulay, J. M. (Journ. Roy. techn. Coll. **3**, 353, 1935) bestimmt diese Kraft zu 40 kg/cm².

[4]) Benedicks, C., Phys. ZS. **32**, 561, 1931.

Folien, die zu dünn sind, um noch Interferenzfarben zu geben. Diese sind sehr geeignet für Kathodenstrahl-Interferenzen nach Kikuchi.

Glimmerfolien halten Temperaturen bis etwa 450° C aus.

Fenster aus Quarzglas von 5 bis 10 μ Dicke und maximal 15 mm Durchmesser verwendete Schmidt-Ott[1]). Es waren Kugelkalotten von ungefähr 10 mm Radius. Diese Fenster, die bis 1490 Å. durchlässig waren, hielten Atmosphärendruck aus, wenn sie die konvexe Seite dem evakuierten Raum zukehrten (wenn also das Material auf Dehnung beansprucht wurde).

Die Herstellung von Glashäutchen von 50 μ Dicke und das Aufschmelzen derselben beschrieb Knipp[2]).

Thiele[3]) fand, daß Graphitsäure, „die in den Zustand einer kolloidalen Lösung gebracht wurde", beim Eintrocknen Häutchen aus Graphitsäure gibt. Erhitzt man diese auf 100 bis 200° C, so wird die Säure reduziert, man erhält glänzende Folien (und Spiegel) aus Graphit, die porenfrei und gasdicht sind, von wenigen hundertstel bis zu einigen zehntel Millimeter Dicke. Diese lassen sich schneiden wie Papier. Das durch DRP. Nr. 600768 geschützte Rezept ist in der Veröffentlichung nicht sehr eingehend beschrieben.

4. Folien aus organischem Material

In seltenen Fällen findet die sogenannte Goldschlägerhaut Anwendung, etwa als einigermaßen gasdichte, für Kathoden- und weiche Röntgenstrahlen durchlässige Trennungsschicht. Goldschlägerhaut ist eine besonders präparierte Membran vom Blinddarm des Ochsen und dient in der Goldschlägerei als Zwischenlage der einzelnen Metallblätter. Sie kann von Blattmetallfabriken bezogen werden.

Häufiger benutzt man die aus Cellulosehydrat bestehenden, in verschiedenen Stärken erhältlichen Cellophanfolien. Im Gegensatz zu Celluloid und Cellon (die nicht als Folien im Handel sind) ist Cellophan für Wasserdampf durchlässig[4]).

---

[1]) Schmidt-Ott, H. D., ZS. f. Phys. **69**, 730, 1931.
[2]) Knipp, Ch. T., Nature **120**, 156, 1927.
[3]) Thiele, H., Forschungen u. Fortschr. **10**, 408, 1934.
[4]) Neuert, H., Phys. ZS. **36**, 629, 1935.

Diejenigen Häutchen, welche wohl die geringste Masse pro cm^2 besitzen, sind Celluloid- und Kollodiummembranen. Sie werden häufig als Fenster für Kathoden- und weiche Röntgenstrahlen verwendet[1]. Man stellt sie folgendermaßen her[2]: Ein Blech- oder Preßspanring von 5 bis 7 cm Innendurchmesser und 0,5 bis 1 cm Breite wird durch Unterlage einiger Metallstücke so in eine Entwicklerschale von mindestens 18 × 24 cm gesetzt, daß seine Ebene mit dem Boden der Schale einen Winkel von 10 bis 20° bildet. Dann füllt man die Schale so weit mit destilliertem Wasser, daß der Ring an seiner höchsten Stelle noch bedeckt ist. — Von einer Lösung von 2 bis 3 g Celluloid in 100 g Amylacetat gießt man einige wenige Tropfen auf die Wasseroberfläche, auf der sich die Lösung sofort (handtellergroß) ausbreitet. Nach wenigen Minuten erscheinen Interferenzfarben — ein Zeichen, daß das Lösungsmittel verdunstet ist. Nun hebert man das Wasser ab, wodurch das Häutchen auf den Ring zu liegen kommt und auf ihm festklebt. Größere, über den Ring hinausragende Teile zerstört man, damit sie sich nicht später auf die Unterseite der Membran legen. Nach dem Ablassen des Wassers hebt man den Ring mit dem darübergespannten Häutchen heraus[3].

Es macht keine Schwierigkeit, auf diese Weise Membranen mit leuchtenden Interferenzfarben zu erhalten, die (bei horizontal gehaltenem Ring) Gewichtsstücke von 10 bis 50 g zu tragen vermögen. Die Dicke d kann man aus der Farbe abschätzen:

$d < 100\ m\mu$ farblos,
$d = 200-250\ m\mu$ strohgelb,

orange — rot — purpur — violett — indigo — blau — grün — gelb usw.

$1000\ m\mu$ fahl pfirsichrot,
$d > 1500\ m\mu$ farblos.

Man kann auch den Ring mit der Membran nochmals in die Schale legen und so eine größere Anzahl von Schichten aufeinanderkleben, wodurch sich die Gefahr, daß die später benutzte Stelle porös ist, entsprechend verringert.

---

[1] Die Durchlässigkeit von Kollodiumhäutchen (10^{-2} bis $7 \cdot 10^{-5}$ mm) für Kathodenstrahlen (0,8 — 34 e-kV) untersuchten Ference, M. und Stephenson, R. I., Rev. Scient. Instr. 9, 246, 1938.
[2] Vgl. Trenktrog, W., Diss. Kiel 1923.
[3] Vgl. Ruska, H., Naturwiss. 27, 287, 1939.

Obwohl sich diese Vorschrift in unserem Laboratorium besser als die nachstehend angegebenen bewährt hat, sollen diese doch erwähnt werden:

Taylor[1]) findet, daß die Häutchen häufig nicht vakuumdicht sind, wenn sie auf Wasser hergestellt werden, dagegen wohl, wenn man Quecksilber verwendet. — Harris und Johnson[2]) erhielten wesentlich dünnere Häutchen, wenn sie statt Amylacetat ein Celluloidlösungsmittel benutzten, das sich nicht mit Wasser mischt: Methyl- oder Äthylacetat. — Schulze (l. c., S. 116) empfiehlt statt Celluloid Acetylcellulose.

Nitrocellulose ist eine mehr (Schießbaumwolle, 13,4 % N) oder weniger (Kollodiumwolle, 12 bis 12,5 % N) stark nitrierte Cellulose (10 bis 12 % N) mit einem Zusatz von Campher, und zwar von 15 % für Filmcelluloid und 25 bis 50 % für gewöhnliches Celluloid. Es ist löslich in Aceton, Methyl-, Äthyl-, Amylacetat, in Essigsäure und anderem mehr. **Acetyl**cellulosen sind Essigsäureester der Cellulose, z. B. Cellulosehydroacetat, der Grundstoff des Cellon. Löslich in Aceton, Methylacetat, Methylformiat. Celluloid entzündet sich schon bei 170° und verbrennt sehr schnell, Acetylcellulose verkohlt langsam unter Aufblähen. Bruchdehnung von Celluloid 28 %, von Cellon 5 %. — Cellophan ist, wie erwähnt, Cellulose**hydrat**.

5. Feine Drähte

a) Die Firma Hartmann & Braun, Frankfurt a. M.-West, stellt aus einer großen Anzahl von Metallen[3]) sogenannte **Haardrähte** her, Drähte von 0,20 bis zu 0,015 mm (15 μ) Durchmesser herab. Dieselben sind zur Aufhängung schwererer Galvanometer- und Elektrometersysteme wohl geeignet, für die Nadeln des Dolezalek-Elektrometers sind die feinsten noch zu dick. Ein Draht aus Phosphorbronze von 0,02 mm Durchmesser reißt bei einer Belastung von 19 g. Damit sich der Draht beim Abwickeln nicht

---

[1]) Taylor, J., Journ. Scient. Instr. **3**, 400, 1926.

[2]) Harris, L. und Johnson, E. A., Rev. Scient. Instr. **4**, 454, 1933.

[3]) Aus Silber, Kupfer, Gold, Platin, Nickel, Eisen, Aluminium, Messing, Phosphorbronze, Neusilber, Stahl, Platin-Iridium, Platin-Silber, Nickelin, Manganin, Konstantan, Kulmitz, Kruppin. Aus Wismut bis 0,06 mm. Dieser dünne Wismutdraht ist schon schlecht zu verarbeiten, weil er leicht bricht.

verwirrt, legt man die Spule auf eine größere Glasplatte, befestigt das freie Ende auf dieser mit Klebwachs, wickelt so viel als nötig ab, wobei der Draht dauernd gespannt bleiben muß, damit er keine Kringel bildet, hakt ihn in den Einschnitt der Spule wieder fest und klebt ihn auch in der Nähe der Spule auf die Platte. Dann erst zerschneidet man den Draht zwischen Spule und zweiter Klebstelle. [Das anzulötende Stück (Haken) verzinnen, gut waschen und die Lötung ohne Flußmittel ausführen; ein mit Tinnol ohne diese Vorsichtsmaßregel gelöteter Draht war nach einigen Monaten an der Lötstelle völlig durchgefressen! Über eine Lötvorrichtung siehe S. 35.]

b) Als Suspensionen in Drehspulengalvanometern werden in der Regel Metallbänder (Phosphorbronze) benutzt, die unter der Bezeichnung **Lametta** bei Hartmann & Braun käuflich sind. Sie besitzen bei gleicher Tragkraft ein kleineres Torsionsmoment wie runde Drähte, geben also ceteris paribus größere Empfindlichkeit (vgl. S. 126).
Drähte nach Taylor siehe S. 151.

c) Die Wolfram-**Einkristalldrähte** der Firma Pintsch, die frei von elastischer Nachwirkung sind, wurden S. 16 erwähnt. Leider ist für viele Zwecke ihre Direktionskraft zu groß, da sie nur bis 10 μ Dicke hergestellt werden können.

d) Platin-, Gold- und Aluminiumdrähte mit Durchmessern bis 0,5 μ herab werden nach der Vorschrift von Wollaston (um 1800) erhalten: Ein Silberdraht von der Dicke eines Bleistiftes habe einen Platinkern von ähnlichen Dimensionen wie die Graphitmine dieses Stiftes. Wird der Draht so lange durch Zieheisen gezogen, bis sein Durchmesser nur noch 0,2 mm beträgt, so hat sich der Durchmesser der Platinseele entsprechend stark verringert. Löst man das Silber in Salpetersäure auf, so bleibt die feine Platinseele übrig: **„Wollastondraht"**. Außer Platin und Gold eignet sich auch Aluminium, das gleichfalls nicht von Salpetersäure angegriffen wird, zur Herstellung von Wollastondrähten.
Der Draht wird (z. B. von Heraeus, Hanau; Hartmann & Braun, Frankfurt a. M.) mit seiner Silberumhüllung geliefert und jeweils nur ein Stück von einigen Zentimetern, wie es gerade gebraucht wird, abgeätzt. Übliche Durchmesser des abgeätzten Drahtes: von 15 bis 2 μ, in Ausnahmefällen auch bis 0,5 μ.

Zum Abätzen verwendet man in der Regel (siehe unten) chlorfreie Salpetersäure. Die Meinungen darüber, ob man 30 %, 50 % oder reine, sogar heiße Säure verwenden soll, sind verschieden. Jedenfalls ist es gut, dem Säurebad einige Prozent Silbernitratlösung zuzusetzen, weil es dann besser angreift. (Es darf dabei keine starke Trübung durch AgCl entstehen!)

Die einfachste der zahlreichen Abätzungsvorschriften ist die von Rostagni[1]) angegebene: Er legt den Draht ohne weitere Vorbehandlung auf eine Glasplatte, gießt etwas (50 %) Säure auf und erwärmt. Wenn die Platinseele freigelegt ist, wird sie an einem Ende mit einer Pinzette gefaßt, herausgezogen und mit destilliertem Wasser gereinigt.

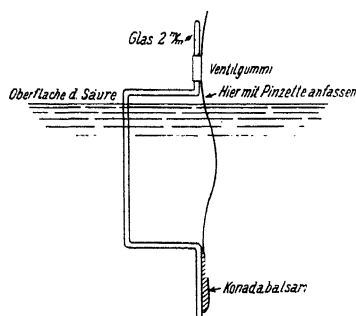



Abb. 35. Abätzen von Wollastondraht

Meist aber werden die beiden Drahtenden fixiert und vor dem Angriff der Säure geschützt. Bei der späteren Verwendung des Drahtes (Anlöten!) sind diese dicken, gut sichtbaren Enden sehr zweckmäßig. Das folgende, aus dem Laboratorium von Heraeus stammende Verfahren wurde von Brüning[2]) beschrieben:

Man biegt ein 2 mm dickes Glasstäbchen in die in Abb. 35 angegebene Form. Der Wollastondraht wird geradegebogen, auf einem dicken Blech etwa 1 Minute lang auf 400° erhitzt, hierauf am oberen Ende unter ein Stückchen Ventilgummischlauch geklemmt (wie gezeichnet), am unteren Ende in zähflüssigen Kanadabalsam eingebettet und so vor dem Angriff der Säure geschützt. Dabei darf der Draht nicht stark gespannt sein. Die Ätzung erfolgt in 30 %iger Salpetersäure, der man einige Tropfen Silbernitratlösung zusetzt. Man taucht das bespannte Stäbchen so weit ein, daß der obere horizontale Teil noch einige Millimeter über dem Flüssigkeitsspiegel bleibt. Man beobachtet das Auftreten einiger Gasblasen und einiger Verdickungen, die aus Silber und Silbernitrat bestehen, und befreit den Draht davon, indem man

[1]) Rostagni, A., Phys. ZS. 32, 565, 1931.
[2]) Brüning, H., ZS. f. Instrkde. 46, 29, 1926; vgl. Benedicks, C., Phys. ZS. 17, 320, 1916.

ihn mehrmals herauszieht. Nach 5 bis 10 Minuten ist die in dem Säurebad kaum sichtbare Platinseele freigelegt. Der Draht wird herausgezogen, mehrmals in destilliertes Wasser getaucht und dann der Kanadabalsam durch Eintauchen in Äther gelöst. Hierauf faßt man den Draht mit einer Pinzette unterhalb des Gummis, oberhalb der abgeätzten Stelle, zieht ihn unter dem Gummi hervor und legt ihn zur weiteren Verarbeitung auf schwarzen Samt oder einen Spiegel.

Neuerdings empfahl Boardman [1]), die Salpetersäure über Schwefelkohlenstoff zu schichten, dessen Flüssigkeitsspiegel gehoben und gesenkt werden kann. So läßt sich der (vertikal hängende) Draht schrittweise von unten nach oben abätzen.

Besonders eingehend haben sich Waetzmann, Gnielinski und Heisig [2]) mit den Eigenschaften von Wollastondrähten (Konstanz der Durchmesser, Beschaffenheit der Oberfläche, elektrischer Temperaturkoeffizient usw.) befaßt. Sie finden auf den mit Salpetersäure abgeätzten Drähten einen rauhen, in Säure und Wasser unlöslichen Belag und empfehlen als wesentlich bessere Methode die elektrolytische Entfernung des Silbers in einer Cyankalilösung: 1 Liter (destilliertes) Wasser, 50 bis 100 g Cyankali, der Draht ist Anode, als Kathode dient ein Eisen- oder Platindraht. 2-Volt-Akkumulator, Vorwiderstand, 5 bis 6 mA; 10 Minuten bis 1 Stunde. — Der elektrische Temperaturkoeffizient von Wollastondrähten ist 3,0 bis 3,4 $^0/_{00}$ pro Grad, also kleiner als der von reinem Platin (3,85), weil das Platin 0,5 bis 1 % Iridium enthält.

Verschiedentlich wurden Wollastondrähte mit ihrer Silberhülle plattgewalzt, um schmale, sehr dünne Platinbänder zu erhalten. So in der oben angeführten Arbeit von Benedicks, ferner von Leimbach [3]), der Bänder von 25 μ Breite und 0,28 μ Dicke erhielt. 1 cm dieses zu Bolometerstreifen verwendeten Bandes hatte einen Widerstand von etwa 138 Ohm.

Heraeus liefert auch „Wollastonblech" (Platin) bis zu 1 μ Di[cke]. Das Abätzen eines Streifchens von 1 mm Breite ist hier sehr [ein]fach, da man das resultierende Platinband ohne weiteres mit

[1]) Boardman, B. F., Rev. Scient. Instr. **9**, 139, 1938.
[2]) Waetzmann, E., Gnielinski, M. und Heisig, H., ZS. f. Phys. **58**, 449, 1929; vgl. auch Suhrmann, R. und Clusius, K., Phys. ZS. **26**, 913, 1925, sowie Friese, J. und Waetzmann, E., ZS. f. Phys. **34**, 131, 1935.
[3]) Leimbach, G., Ann. d. Phys. **33**, 308, 1910.

Pinzette fassen kann. Ein solcher Streifen von 1 mm × 1 μ konnte mit 17 g belastet werden, seine Direktionskraft war $7 \cdot 10^{-2}$ dyn · cm, also außerordentlich viel kleiner als die eines Drahtes von 35,6 μ Durchmesser, der den gleichen Querschnitt besitzt. Derartige Bänder dürften sich deshalb für Galvanometer, Dolezalekelektrometer usw. eignen. Der Streifen hatte bei Zimmertemperatur etwa 8 Ω, er kam bei 1 Amp. zum Glühen und brannte bei 2 Amp. durch.
Ein schmaler Streifen, der von dem verhältnismäßig starken Silberblech mit einer Schere abgeschnitten wird, krümmt sich in seiner Ebene, was die elastischen Eigenschaften der Platinseele ungünstig zu beeinflussen scheint. Es dürfte zweckmäßig sein, aus einem im ganzen abgeätzten, breiten Stück nach Beatty (S. 118) schmale Streifen herauszuschneiden.

6. Quarzfäden

Die absolute Empfindlichkeit eines Galvanometer- (Elektrometer-) Systems wächst, wenn man das Verhältnis Trägheitsmoment : Drehungsmoment verringert [1]). Deshalb verwendet man möglichst leichte Systeme und möglichst dünne Aufhängefäden. Ein Fadenmaterial von außerordentlicher Feinheit, sehr hoher Zerreißfestigkeit und geringer elastischer Nachwirkung liefert das geschmolzene Quarzglas. Nach Boys [2]) geschieht das rasche Auseinanderziehen der beiden Teile des in der Mitte erweichten Quarzglasstäbchens durch Abschleudern des einen mit Hilfe einer Armbrust. Keeley [3]) hat diese Methode verbessert, indem er ein gespanntes Gummiband zum Auseinanderziehen verwendet. Derselbe empfiehlt besonders, einen dünnen, vertikal hängenden, am unteren Ende beschwerten Quarzfaden mit einer Heizspirale zu umgeben und ihn in einer Wasserstoffatmosphäre sich spontan ausziehen zu lassen. Perucca [4]) berichtet, daß man mit ganz geringer Handfertigkeit 2 bis 3 m lange Fäden von 2 bis 10 μ Dicke auf folgende Weise erhalten kann: Ein Quarzstäbchen wird in der Flamme eines Knallgasgebläses ausgezogen, so daß das

---

[1]) Vgl. Volkmann, W., Phys. ZS. 12, 30, 1911.
[2]) Boys, C. V., Phil. Mag. 45, 487, 1887.
[3]) Keeley, T. C., Journ. scient. instr. 1, 369, 1924. Verschiedene Methoden zur Herstellung von Quarzfäden; Referat: ZS. f. Instrkde. 45, 52, 1925.
[4]) Perucca, E., ZS. f. Instrkde. 47, 524, 1927 (Anhang, S. 527).

verjüngte Stück 20 cm lang und 1 mm dick ist. Man biegt das dünne Stück zu einem ⅂L, bringt den vertikalen Teil in den Mantel, den oberen horizontalen in die Spitze der Flamme und zieht es gleichzeitig hoch.

Sehr elegant ist die von Nichols angegebene Vorschrift: Man hält einen Quarzfaden von einigen zehntel Millimeter Dicke mit dem äußersten Ende in eine kleine, vertikal gestellte Flamme des Knallgasgebläses. Sofort schießt ein sehr feiner Faden (0,5 bis 3 μ) einige Meter nach oben und wird auf einem Tuche aus schwarzem Samt aufgefangen. Zur Aufbewahrung dieser Fäden dient eine Haspel, die aus zwei Rücken gegen Rücken aneinander befestigten Spiegeln besteht, deren schmale Kanten zwei abgerundete, beiderseits vorstehende Brettchen tragen, über die der Faden gewickelt und geklebt wird. Nach Nichols hergestellte und derart aufgewickelte Quarzfäden können z. B. von Edelmann, München, bezogen werden. Dickere Fäden von 5 bis 100 μ liefert die Heraeus Quarzglas-Ges. (S. 27).

Während sich dickere Fäden (von mehr als 5 μ) leicht behandeln lassen, erfordert das Einziehen eines dünnen Fadens, der geometrisch-optisch gar nicht sichtbar ist, einige Technik. Zunächst empfiehlt es sich, die Enden der auf die Haspel gewickelten Fäden zu „armieren". Man schneidet sich dazu aus Papier oder Aluminiumfolie länglichrechteckige Stückchen von einigen Millimetern Länge, knickt sie in der Mitte spitzwinklig zusammen, bringt eine Spur Klebstoff (Schellacklösung) in das Knie und setzt nahe den Enden sämtlicher Fäden solche Streifchen als Reiter auf. (Schellacklösung trocknet man am besten durch eine in die Nähe gehaltene Zigarre.)

Zum Einziehen eines Quarzfadens, z. B. in ein Galvanometersystem, reinigt man zunächst einen Spiegel von etwa 20 × 20 cm und bringt auf ihm zwei Marken an, welche die richtige E[illegible] fernung der durch den Faden zu verbindenden Stücke ange[illegible] Man läßt den Spiegel, vor Staub geschützt, mindestens eine Vie[illegible] stunde liegen, damit die elektrostatische Aufladung sicher [illegible] geklungen ist, und legt dann die Stücke (z. B. Galvanom[illegible] system und Stift des Torsionskopfes) auf die Marken. Einen [illegible] Stift klemmt man in einen Stielkloben oder Schieber (S. 30). Man sucht sich nun — am besten bei schrägem Sonnenlicht — einen Faden von geeigneter Dicke aus, faßt mit der feinen Pinzette (S. 30) den einen Reiter, reißt den Faden zwischen Reiter und

Fadenende ab und läßt das Ende auf die Unterlage fallen. Die Beschwerung durch die Reiter verhindert den Faden daran, bei dem leisesten Luftzug herumzuflattern. Ebenso verfährt man mit dem anderen Ende. Zum Ankleben ist sirupdicke, alkoholische Schellacklösung sehr geeignet, es macht meist keine Schwierigkeiten. Man trachte, daß der Faden möglichst axial sitzt, indem man ihn etwas spannt, solange der Klebstoff noch weich ist. Die Kittstellen werden (mit der genäherten Zigarre) erhitzt, bis sie lebhaft „sieden" und zuletzt die überstehenden Enden mit den Reitern abgerissen.

Ein erhöhtes Gefahrenmoment bietet das Abheben des Systems, denn ein Quarzfaden verträgt keine scharfe Knickung. Man legt unter die eine Spiegelkante ein weiches Tuch, damit das System beim Abrutschen (falls der Faden reißt) nicht Schaden nimmt, faßt mit der einen Hand den Stift (bzw. den Schieber) und neigt mit der anderen den Spiegel, den man durch Klopfen leicht erschüttert, bis das System heruntergleitet und den Faden spannt. Systeme, die schon durch mäßige Fallhöhe zerstört werden könnten, habe ich in der richtigen vertikalen Lage an einer Gabel aufgehängt, den Faden erst (auf dem Spiegel) an den Stift angeklebt und dann, während er, von dem Reiter beschwert, nach unten hängt, an dem System. Zuletzt wird die Gabel ganz langsam gesenkt. Man braucht dazu aber Sonnenlicht, um den Faden zu sehen.

Wenn das System den Faden bis nahe an die Bruchgrenze belastet, ist es besser, zwischen Stift und Faden eine Feder anzubringen, die so ausprobiert wird, daß sie sich durch ein Gewicht (Drahtstück) gleich dem des Systems mäßig dehnt. Spiralfedern geben vermutlich Anlaß zu Nullpunktsschwankungen. Man kann aber leicht ein feines Band, z. B. ein Chromnickel-Heizband, zickzackförmig biegen, indem man einen Stoß Karten abwechselnd von rechts und links so aufeinanderlegt, daß sie sich in der Mitte, z. B. um je 7 mm überdecken und das Band um die jeweils neu aufgelegte herumknickt.

Die Zerreißfestigkeit von Quarzfäden wurde von Reinkober[1]) und von Schürkow[2]) untersucht. In der nachstehenden Tabelle sind die Resultate angegeben. Reine Oberfläche (im Vakuum auf 600 bis 700° erhitzt) erhöht nach Schürkow die Zerreißfestigkeit etwa auf das Doppelte.

---

[1]) Reinkober, O., Phys. ZS. **32**, 243, 1931; **38**, 112, 1937.
[2]) Schürkow, S., Phys. ZS. d. Sowjetunion **1**, 123, 1932.

Durchmesser	Bruchlast (Gramm)	kg/mm²	Durchmesser	Bruchlast (Gramm)	kg/mm²
1 μ	0,6	800	8 μ	8,0	150
2	1,6	510	10	10	130
3	2,7	410	15	21	140
4	3,6	300	20	30	100
5	4,3	210	30	48	68
6	5,6	180	50	94	45
7	6,4	175	90	200	32

Zur Aufhängung von Elektrometernadeln müssen die Quarzfäden elektrisch leitend gemacht werden. Das geschieht jetzt wohl allgemein durch Kathodenzerstäubung (S. 71) eines parallel zu dem Faden gespannten Platindrahtes. Bei einem von Bestelmeyer[1]) angegebenen Apparat kann die Leitfähigkeit des Fadens während der Bestäubung geprüft werden.

7. Fadenkreuze

Zu Fadenkreuzen für Fernrohre verwendet man mit Vorliebe Kokons von Spinnen, die man z. B. in den Ritzen von freistehenden Bretterhütten findet. Einige Kokons werden gesammelt und (etwa in einem Reagensglas) zum späteren Gebrauch aufbewahrt. Auf dem Flansch, der das Fadenkreuz tragen soll, werden auf der Drehbank vier Marken angerissen, so daß ihre Verbindungslinien streng rechtwinklig sind. Ferner bereitet man eine Drahtgabel vor, deren beide Zinken etwa das doppelte des Flanschdurchmessers Abstand haben. Man zieht aus dem Kokon einen Faden zunächst 1 cm weit heraus, klebt ihn an der einen Zinke fest und zieht dann weiter, indem man den Faden zwischen den befeuchteten Fingern reinigt, bis er über die andere Zinke hinausreicht. Auch an dieser wird er festgeklebt. Hierauf wird der Kokon abgeschnitten, die Gabel über den Flansch gelegt, der durch das Gewicht der Gabel gespannte Faden mit Hilfe einer Lupe mit den eingeritzten Marken zur Deckung gebracht und in dieser Lage mit einer Spur Zaponlack festgeklebt. — Die Dicke dieser Spinnenkokonfäden beträgt etwa 5 μ.

Anhang: Herstellung von Magnetsystemen für Nadelgalvanometer

Obwohl die Magnetsysteme für fabrikmäßig hergestellte Galvanometer von den betreffenden Firmen (Panzergalvanometer nach

[1]) Bestelmeyer, A., ZS. f. Instrkde. **25**, 339, 1905.

Du Bois-Rubens: Siemens & Halske; Paschen-Galvanometer: Leybold) zu beziehen sind, haben sich die Physiker verschiedentlich und mit gutem Erfolg mit der Herstellung und Verbesserung derselben beschäftigt [1]). Wenn man mit dem System große Empfindlichkeit erreichen will, so muß man dasselbe so leicht als nur irgend möglich konstruieren. Als Träger der Magnete benutzt man vorteilhaft ein dünnwandiges Glasröhrchen von etwa 0,5 mm Außendurchmesser, das man aus einem dünnwandigen, weiten Rohr durch Ausziehen herstellt. Man sucht ein gerades Stück von etwa 10 cm Länge dadurch aus, daß man die Stücke auf einer Spiegelglasplatte rollen läßt, oder richtet eines der Röhrchen im elektrischen Röhrenofen gerade, indem man es vertikal einspannt und am unteren Ende beschwert.

Zur Herstellung der kleinen Magnetchen eignen sich vorzüglich Stücke von der „Unruhfeder" einer Uhr, die in verschiedenen Stärken und Breiten zu haben sind. Sie müssen möglichst stark „gehärtet" werden. Dazu bringt man ein gerade gebogenes Stück der Feder einige Sekunden lang in eine kleine Bunsenbrennerflamme, taucht die Spitze, sobald sie hellglühend geworden ist, in kaltes Wasser und bricht sie — 3 bis 6 mm lang — ab. Noch besser kühlt man Quecksilber mit einer Kältemischung möglichst weit ab, befestigt die gerade gebogene Unruhfeder dicht über seiner Oberfläche, glüht, indem man wenige Sekunden lang einen elektrischen Strom von ausprobierter Stärke hindurchschickt und taucht die hellglühende Feder sofort nach Ausschalten des Stromes in das Quecksilber.

Hat man so 10 bis 20 Stückchen hergestellt, so werden sie gemeinsam magnetisiert, indem man sie mittels einer Messingpinzette einzeln an einen Pol eines kräftigen Elektromagneten bringt. Die in der Richtung der Kraftlinien abstehenden Enden gleichen Vorzeichens bezeichnet man mit roter Farbe. Endlich wird ein Magnetchen nach dem anderen — die roten Enden alle auf derselben Seite — an das Glasröhrchen gekittet; z. B. 5 Stück nebeneinander, das längste in der Mitte, auf die Vorderseite und 5 Stück auf die Rückseite. Benötigt man ein „astatisches System", so kittet man im Abstand der Spulenachsen nochmals 2×5 Magnetchen an, bei denen aber die roten Enden auf der anderen Seite liegen. Das Ankleben macht Schwierigkeit, da sich die

[1]) Vgl. z. B. Witt, H., ZS. f. Phys. 28, 238, 1924; Perfect, D. S., Journ. scient. instr. 1, 321, 353, 1924.

Magnetchen kräftig anziehen bzw. abstoßen. Am besten wartet man mit dem Ankitten des neuen, bis der Kitt des alten erhärtet ist und fixiert es jeweils durch ein aufgedrücktes Gewicht. Als Kitt empfiehlt sich Syndetikon. Das fertige System wird kurz in stark verdünnte Schellacklösung getaucht.

Der Spiegel hat in zweifacher Weise Einfluß auf die Empfindlichkeit des Instrumentes. Einerseits stellt er eine um so stärkere Vermehrung des Trägheitsmomentes dar, je größer er ist, und dadurch drückt er die Empfindlichkeit herab, andererseits aber wächst seine optische Leistung mit seiner Größe, und dadurch nimmt die Feinheit der Winkelmessung zu. Volkmann[1]), von dem wir diese Ausführungen übernommen haben, hat berechnet, daß das Maximum der Empfindlichkeit erreicht wird, wenn der Spiegel den fünften Teil des gesamten Trägheitsmomentes ausmacht. 20 % Abweichung vom günstigsten Spiegeldurchmesser geben 9 bis 10 % Einbuße an Empfindlichkeit. Die Dicke des Spiegels ist dabei zu $^1/_{50}$ seines Durchmessers angenommen. Verdoppelung der Dicke gibt 13 % geringere Empfindlichkeit. Bei den berühmten Galvanometern von Du Bois und Rubens sowie von Paschen haben die Spiegel tatsächlich nahe die günstigste Größe, während die Spiegel der Drehspulengalvanometer meist viel zu klein sind. Auf möglichst geringes Trägheitsmoment der Fassung ist besonders zu achten. Herstellung von Galvanometerspiegeln: S. 58.

Nachdem wir so den Durchmesser des Spiegels festgelegt haben, können wir über den Abstand a der Skala vom Spiegel, also die Länge des Lichtzeigers, verfügen. Geometrisch-optisch würde die Empfindlichkeit proportional a zunehmen, beugungstheoretisch ergibt sich eine Grenze, jenseits der nutzlose „Leervergrößerung" liegt. Der Durchmesser δ des hellsten Teiles des Beugungsstreifens ist[2])

$$\delta = \frac{\text{Skalenabstand}}{\text{Spiegeldurchmesser}} \cdot \text{Lichtwellenlänge}$$

Für den üblichen Abstand von 2 m und 10 mm Spiegeldurchmesser wird $\delta = 0{,}1$ mm.

---

[1]) Volkmann, W., Phys. ZS. **12**, 76, 1911.

[2]) A. E. Conrady in dem Werk: „Photography as a scientific implement, a Collective Work", Glasgow 1924; Deutsche Bearbeitung von A. Hay, Leipzig und Wien (Deuticke) 1929, dort S. 72. — Vgl. auch Czerny, M., ZS. f. techn. Phys. **14**, 436, 1933, ferner Kaiser, H., ebenda **16**, 303, 1935.

VII. Isolatoren und „Hochohmwiderstände"

1. Isolatoren

Der Elektrotechniker, der mit statischer Elektrizität niederer Spannung arbeitende Physiker und der Hochfrequenztechniker stellen sehr verschiedenartige Anforderungen an einen Isolator: In der Elektrotechnik verlangt man hohe Durchschlags- und mechanische Festigkeit sowie nicht allzu hohen Preis. Die Forderung nach einem möglichst großen spezifischen Widerstand des Materials tritt dagegen in den Hintergrund. So hat z. B. der für Schalttafeln viel verwendete Marmor $10^{10}\,\Omega \cdot \text{cm}$, Schiefer sogar nur $10^{8}\,\Omega \cdot \text{cm}$ — er würde bei Versuchen mit einem Quadrantelektrometer schon nahezu als Leiter angesprochen werden. Für Arbeiten mit mittel- und hochfrequenten Wechselströmen dagegen benötigt man Isolationsmaterialien mit möglichst kleinen dielektrischen Verlusten: Paraffin z. B., einer der besten statischen Isolatoren, ist in Wechselfeldern fast unbrauchbar.

Wir beschränken uns hier auf die für den *Physiker* wichtigsten Isolierstoffe und verweisen bezüglich der in der *Technik* verwendeten auf folgende Bücher: A. Schwaiger, „Lehrbuch der elektrischen Festigkeit der Isoliermaterialien", Berlin 1919; Andr. Gemant, „Elektrophysik der Isolierstoffe", Berlin 1930; H. Stäger, „Elektrotechnische Isoliermaterialien", Stuttgart 1931; ferner auf die Berichte über technische Isolierstoffe in der ETZ. 54, 537—572, 1933 und auf die Druckschriften der Hermsdorf-Schomburg-Isolatoren-Ges. in Hermsdorf (vgl. S. 23). — Erwähnt seien die erfolgreichen Versuche von A. Meissner [1], die Wärmeleitfähigkeit von Isolierstoffen, wie Hartgummi, Anilinharz und Öl durch Zusatz von Quarzpulver auf das Doppelte bis Fünffache zu erhöhen.

Die im folgenden angegebenen Werte für den Widerstand des cm-Würfels stammen von Curtis [2], die für Paraffin, Schwefel und Bernstein sind einer Arbeit von Neumann [3] entnommen.

---

[1]) Meissner, A., E. T. Z. 55, 1193 und 1218, 1934.
[2]) Curtis, H. L., Bull. Bur. of Stand. 11, 361, 1914.
[3]) Neumann, H., ZS. f. Phys. 45, 717, 1927.

Bei der praktischen Verwendung eines Isolators ist, falls man nicht eine Schutzringanordnung benutzen kann, dem angegebenen Volumenwiderstand der Oberflächenwiderstand parallel geschaltet, der viel kleiner sein kann. Aus den Angaben von Curtis ergibt sich, daß Ceresin einen besonders großen Oberflächenwiderstand besitzt.

Bei Ableitung durch einen Widerstand von 10^{10} Ohm brauchen die Blättchen eines Elektroskops etwa 1 sec, um zusammenzufallen.

a) Paraffiniertes Holz. Besonders geeignet ist Weißbuchen- und Mahagoniholz, doch genügen auch alle anderen Holzarten. Das Paraffin darf oft gebraucht und durch Verunreinigungen gebräunt sein. Wesentlich ist Erhitzen über 100^0, bis das geschmolzene Paraffin zu rauchen beginnt. Aus den untergetauchten und öfter gewendeten Holzstücken tritt in großen Mengen und lange Zeit ($^1/_2$ Stunde) Luft und Wasserdampf aus, so daß das Paraffin schäumt. Erst wenn die Gasentwicklung nahezu aufgehört hat, stellt man die Heizung ab, läßt langsam erkalten, nimmt das Holz heraus, wenn das Paraffin zu erstarren beginnt, und kann es dann durch Reiben mit einem Tuchballen polieren. Das so behandelte Holz isoliert nach Kohlrausch statisch. Curtis findet für Mahagoniholz $10^{13}\,\Omega \cdot$ cm.

b) Glas. Die geringe Leitung erfolgt zum größten Teil der Oberfläche entlang. Die Isolation wird daher wesentlich verbessert, wenn man die hygroskopische Oberflächenschicht durch Abbürsten mit heißem Wasser und Nachspülen mit destilliertem Wasser beseitigt. Sie kann am Entstehen verhindert werden, wenn man das Glas mit einer filtrierten Lösung von Schellack in absolutem Alkohol oder in Aceton bestreicht. Widerstand: 10^{13} bis $10^{14}\,\Omega \cdot$ cm. Die Abnahme mit steigender Temperatur ist in Abb. 48, S. 192, dargestellt. Das zu Verbrennungsröhren benutzte „schwer schmelzbare" Kaliglas ist dem Geräteglas vorzuziehen. Schott & Gen., Jena, stellen seit einigen Jahren unter der Bezeichnung Minos ein besonders als Dielektrikum für Kondensatoren geeignetes Glas her. Dasselbe hat nach Angabe der Firma eine Durchschlagsfestigkeit von 50000 Volt/mm, eine Dielektrizitätskonstante von 8,5 und „nur eine geringe Leitfähigkeit".

c) Porzellan wird in der Elektrotechnik viel angewandt, ist dagegen für Versuche mit statischer Elektrizität ungebräuchlich.

Sein Widerstand, der sehr von der Zusammensetzung abhängt (vgl. S. 23ff.), ist 10^{14} bis $10^{15}\,\Omega \cdot cm$. Die Änderung mit der Temperatur siehe Abb. 48, S. 192.

d) **Glimmer.** Die (mineralogisch) sehr verschiedenen Glimmerarten haben stark voneinander abweichende spezifische Widerstände (10^{13} bis $10^{17}\,\Omega \cdot cm$). Der im Laboratorium meist verwendete (nahezu) farblose Muskowitglimmer hat etwa $10^{17}\,\Omega \cdot cm$. Auch hier nimmt der Widerstand mit steigender Temperatur stark ab: bei 228^0 C ist er $^1/_{80}$ von dem bei 50^0 C [1]. Frisch gespaltener Glimmer zeigt starke Oberflächenleitung [2]. — Da Glimmer bei Erhitzung im Vakuum große Mengen Gas abgibt (alte Regeneriervorrichtung für Ionenröntgenröhren!), ist er für Vakuumarbeiten nur nach gründlicher Entgasung brauchbar.

e) **Hartgummi** hat insofern Ähnlichkeit mit Glas, als auch hier der Körper ein beachtenswert guter Isolator ist, seine Oberfläche dagegen erhebliche Leitfähigkeit zeigen kann; diese wird durch die (besonders bei Belichtung entstehende) schweflige Säure bedingt: Schlecht isolierender Hartgummi schmeckt (wenn man daran leckt) sauer. Man verbessert die Isolation durch Abbürsten mit Sodalösung und Nachspülen mit destilliertem Wasser. Stützen aus Hartgummi versieht man, um den Widerstand durch Verlängerung des Weges auf der Oberfläche zu vergrößern, mit vielen, tief eingedrehten Rillen. Noch besser ist es, die Stützen außerdem zu schellackieren. Sie sind dann für statische (Goldblatt-) Elektrometer schon sehr brauchbar. Widerstand bei 20^0: 10^{15} bis $10^{18}\,\Omega \cdot cm$.

f) **Siegellack, Piceïn, Kolophonium und Schellack** sind gute Isolatoren. Übertroffen werden sie von **Paraffin,** das schon zu den besten bekannten Isolatoren zählt, aber wegen seiner Weichheit und seines niedrigen Schmelzpunktes in seiner Anwendung beschränkt ist. Oberflächenleitung braucht man bei Paraffin nicht zu befürchten, wenn man die Oberfläche nicht (durch Anfassen) verunreinigt hat, wohl aber saugt ein Paraffinisolator einen Teil der Ladung auf, um ihn später wieder abzugeben.

Nach Kretlow ist das gewöhnliche Paraffin meist etwas säurehaltig. Man kann dann sein Isolationsvermögen wesentlich ver-

---

[1]) Poole, H. H., Phil. Mag. **34**, 195, 1917.
[2]) Strachan, J. G., Journ. Roy. techn. Coll. **3**, 343, 1925.

bessern, wenn man es in öfter gewechseltem Wasser auskocht, bis das Wasser nicht mehr sauer reagiert. — Widerstände: Siegellack, Kolophonium und Schellack 10^{16}, Paraffin[1]) und Ceresin mehr als $5 \cdot 10^{18}\ \Omega \cdot$ cm. Ceresin ist, wie oben erwähnt, von den zahlreichen Stoffen, die Curtis untersuchte, der einzige, dessen Widerstand sich in feuchter Luft nicht verringerte. Es war hierin noch etwas besser als Paraffin.

g) **Quarz und Quarzglas** sind vorzügliche Isolatoren, allerdings in der Werkstatt schwer zu verarbeiten. Durch ihre Starrheit erlauben sie sehr genaue Maße einzuhalten. Kristallinischer Quarz soll parallel zu seiner optischen Achse geschnitten sein; er isoliert dann 200mal so gut (Widerstand $10^{16}\ \Omega \cdot$ cm), als senkrecht zur Achse geschnitten (Kraftlinien parallel zur Achse!). Quarzglas besitzt bei 20^0 über $5 . 10^{18}\ \Omega \cdot$ cm (vgl· Abb. 48, S. 192). Es hat für alle Frequenzen den kleinsten dielektrischen Verlustfaktor. Seine Durchschlagsfestigkeit ist dagegen nicht größer als die von einem guten Glas.
Über den Widerstand von „keramischen Massen“ und seine Verringerung bei hohen Temperaturen vgl. S. 192.

h) **Schwefel** zählt zu unseren besten Isolatoren. Er kann z. B. für Blattelektrometer benutzt werden, die bekanntlich die höchsten Anforderungen an gute Isolation stellen, und hat vor Bernstein die Vorzüge, leichter bearbeitbar und billiger zu sein. Gute Schwefelisolatoren stellt man her[2]), indem man käuflichen, kristallinischen Schwefel bei möglichst niedriger Temperatur langsam schmilzt und dann in ein reines Glasröhrchen gießt. Beim Erstarren zieht sich Schwefel so weit zusammen, daß sich das gegossene Stück nach einigen Stunden aus dem Rohr herausziehen läßt. Die Isolationsfähigkeit nimmt während der ersten Stunden merklich zu. Drahtdurchführungen können mit eingegossen werden (Aluminium bewährt sich gut). Nach Neumann (l. c.) ist der Widerstand von aus der Schmelze erstarrtem Schwefel $2 \cdot 10^{19}\ \Omega \cdot$ cm, von zu Pastillen gepreßtem $2 \cdot 10^{18}\ \Omega \cdot$ cm. Schwefel verringert (ähnlich, nur viel schwächer wie Selen und

---

[1]) Nach Neumann: $3 \cdot 10^{18}\ \Omega \cdot$ cm. Über den eigenartigen Verlauf der Leitfähigkeit von Paraffin zwischen 0 und 50^0 C vgl. Jackson, W., Naturwiss. 22, 238, 1934.
[2]) Nach Geiger und Makower, Fußnote 1, S. 118.

Tellur) seinen Widerstand bei Bestrahlung mit sichtbarem Licht und, nach Neumann, mit Röntgen- und γ-Strahlen. Deshalb müssen Schwefelisolatoren vor solchen Strahlungen geschützt werden.

i) **Bernstein** ist das für feine Elektrometer usw. fast ausschließlich benutzte Isolationsmaterial. Er entspricht den höchsten Anforderungen und verbindet gute mechanische Festigkeit mit leichter Bearbeitbarkeit. Dem natürlichen Bernstein steht der billigere, aus kleinen Stücken durch Pressen erhaltene Preßbernstein nicht nach. — Den Widerstand des cm-Würfels bestimmte Neumann zu über $1 \cdot 10^{20}\,\Omega$. Wenn aber die Oberflächenleitung nicht (durch Schutzring) verhindert wurde, sank der Widerstand des Isolators auf $^1/_{50}$. Die dielektrischen Verluste in Bernstein sind sehr groß.

Bezugsquelle: Preußische Bernsteinwerke, Königsberg, die runde Stangen von 6 bis 64 mm Durchmesser liefern.

Nach Neumann wird die Leitfähigkeit von Paraffin und Bernstein durch Röntgenstrahlen nicht erhöht, im Gegensatz zu den Ergebnissen von Roos [1]).

Erwähnt sei, daß Pollock und Nichols [2]) an Stelle von Bernstein „Polystyrol" empfehlen, das bei ebenso guter Isolation leichter bearbeitbar sein soll.

2. Widerstände hoher Ohm-Zahlen

a) **Drahtwiderstände.** Die Herstellung von Widerständen von 10^5 bis $10^7\,\Omega$ ist in den letzten Jahren dadurch auf eine völlig neue Grundlage gestellt worden, daß es der Industrie gelang, „Widerstandskordeln" herzustellen. Das sind Schnüre von 2 bis 3 mm Dicke aus Baumwolle, Seide oder Asbest, die mit feinstem Widerstandsdraht (bis herunter zu 10 μ) sehr eng umsponnen sind. Die Kordeln werden hergestellt bis maximal $2 \cdot 10^6\,\Omega$/m. (Sie können auch mit einem Cellonlack zum Schutz gegen Staub und Feuchtigkeit überzogen sein.) Zweifellos bietet ein Draht aus einer guten Widerstandslegierung, etwa Manganin, eine bessere Gewähr für Konstanz des Widerstandes, kleinen Temperaturkoeffizienten und

---

[1]) Roos, Chr., ZS. f. Phys. **36**, 18, 1926.
[2]) Pollock, H. C. und Nichols, M. H., Rev. Scient. Instr. **9**, 331, 1938.

Belastbarkeit als etwa eine dünne Graphitschicht oder eine Kapillare mit der früher beliebten Nernstschen Lösung.

Wenn man, wie Jungesblut[1]) berichtet, mit der Kordel ein Band webt, so erreicht man zwischen den einzelnen Einschlagslagen des Gewebes Bifilarwirkung und gleichzeitig kleine Eigenkapazität. Durch zweckentsprechende Wahl der Gewebebreite und Kordelstärke können Selbstinduktion und Eigenkapazität sehr klein gemacht und so gegeneinander abgeglichen werden, daß die Zeitkonstante ein Minimum und für die meisten Fälle praktisch gleich Null wird. Die Widerstände „bis zu Werten von $10^8\,\Omega$ und für Spannungen bis zu 1000 kV" sind daher auch für Hochfrequenz gut zu verwenden.

Renninger[2]) beschreibt einen Vorwiderstand von $2{,}5 \cdot 10^7\,\Omega$ für ein Voltmeter zur Messung von 50 kV gegen Erde. Er verwendet eine Kordel von $5 \cdot 10^5\,\Omega$/m, von der 50 m auf ein Pertinaxrohr von 40 cm Durchmesser in einer Lage dicht aufgewickelt wurden. Das Rohr wurde im Dauerbetrieb (2 mA) handwarm.

Folgende Bezugsquellen sind mir bekannt:

α) Monette Asbestdraht G. m. b. H., Berlin-Stralau, Alt-Stralau 4; Widerstandskordeln:

Ω/m	Draht mm	mA	100 m
50 000	0,04	22	37 RM
100 000	0,03	15	45 RM
1 000 000	0,02	6	325 RM

Bei diesen Belastungen steigt die Temperatur auf 70 bis 80° C. Das Material verträgt bis 600° C.

β) Rheinische Feindraht-Industrie, Dr.-Ing. Schildbach in Bergneustadt, Rheinland:

$2 \cdot 10^6\,\Omega$/m, 0,01 mm.

Feindrähte aus Chromnickel, Konstantan, Nickel.

γ) Wego-Werke, Freiburg im Breisgau:
Silkowid-Widerstandsbänder, z. B. 1 m lang, 3 cm breit:

115000 Ω/m 33 mA Konstantan,
250000 25 mA Chromnickel.

---

[1]) Jungesblut, A., Verh. d. D. Phys. Ges. **13**, 8, 1932.
[2]) Renninger, M., ZS. f. Instrkde. **55**, 377, 1935.

b) Kohlewiderstände. Wenn man nicht die höchsten Anforderungen an Präzision stellt und den Widerstand nicht hoch belasten muß, benutzt man besser Widerstände, die aus einer dünnen Kohlenstoffschicht auf einem Isolator bestehen und die von 10^6 bis $10^9\,\Omega$ wesentlich billiger und kleiner als Drahtwiderstände gleicher Ohmzahl sind. Von den zahlreichen in der Literatur angegebenen Konstruktionen derartiger Widerstände [1]) mögen hier nur zwei angeführt werden, die leicht zu erhalten sind:

Wenn man einen Streifen Zeichenpapier von etwa 12 cm Länge und 4 mm Breite kräftig mit gewöhnlicher Zeichentusche bestreicht, erhält man einen Widerstand von 10^{10} bis $10^{11}\,\Omega$. Die Enden werden mit Graphit (Bleistift, besser Hydrokollag, S. 22) bestrichen, mit Stanniol umwickelt und zuletzt der Streifen in heißem Paraffin gebadet. Aust, der diese Art von Widerständen angegeben hat (l. c.), bemerkt, daß man sie (ohne Paraffinüberzug) bis zur Rotglut beanspruchen kann, wenn man als Unterlage Asbestpapier verwendet, ferner, daß sie durch einen verschiebbaren Kontakt kontinuierlich variabel gemacht werden können. (Als Kontakt könnte man einen Quecksilbertropfen nehmen.)

Als in neuerer Zeit das Bedürfnis nach Hochohmwiderständen für Rundfunkgeräte geweckt wurde, nahm die Technik dieses Problem auf: Nach den DRP. Nr. 438429 und 459553 von Siemens wird ein Isolator (Porzellanröhrchen) in einer Kohlenwasserstoffatmosphäre auf 900 bis 1000° erhitzt. Dadurch scheidet der Kohlenwasserstoff Kohlenstoff als „Glanzkohle" auf der Oberfläche des Isolators ab. Derartige Widerstände von 10 bis $10^8\,\Omega$ sind unter der Handelsbezeichnung „Karbowid" (S. & H.) käuflich. Ähnlich sind die „Dralowid"- und die „Hoges"-Widerstände

---

[1]) Aust, A., Phys. ZS. **12**, 732, 1911 (Tusche auf Papier); Kost, H., ebenda **13**, 894, 1912 (Tusche und Graphit auf Ton); Skaupy, F. und Ewest, H., ZS. f. techn. Phys. **1**, 167, 1920 (Graphit auf Glaswendel); Lilienfeld, J. E. und Hoffmann, W., E. T. Z. **41**, 870, 1920 (Kohlenstoffüberzug im Innern eines Glasrohres); Hartmann, C. A. und Doßmann, H., ZS. f. techn. Phys. **9**, 434, 1928 (Glanzkohle auf Porzellan); Burbidge, P. W., Nature **132**, 677, 1932 (berußter, dann paraffinierter Quarzstab); Rentschler, H. C. und Henry, D. E., Rev. Scient. Instr. **3**, 91, 1932 (Graphit auf Glasspirale aufgestäubt); Curtiss, L. F., ebenda **4**, 679, 1933 (Bleistiftstrich auf Pyrexglasstäbchen, mit Glyptallack lackiert); Deisenroth-Myssowsky, M., Trav. de l'Inst. d'Etat de Radium **2**, 47, 1933 (Bleistiftstrich auf Photoplatte!); Riepka, H. C., E. T. Z. **55**, 1073, 1934; Bericht über die Siemens- u. a. Hochohmwiderstände.

hergestellt („Dralowid-Hekatohm“ bis $10^8\,\Omega$). Neuerdings können unter der Bezeichnung „Massewiderstand 4a“ Widerstände bis $10^{10}\,\Omega$ von Siemens & Halske bezogen werden.

Ein Nachteil aller Kohle- und Graphitwiderstände ist ihr negativer Temperaturkoeffizient: — 1 ‰ bis (bei den letztgenannten) — 0,3 ‰ pro Grad (zwischen 0 und 70° C). Wegen der erheblichen Wärmekapazität nimmt deshalb die Stromstärke nach dem Anlegen einer konstant gehaltenen Spannung längere Zeit zu und somit besteht Gefahr, daß der Widerstand durchbrennt.

Ferner sei auf die Silitwiderstände hingewiesen, Stangen von 1 bis 2 cm Durchmesser und 10 bis 30 cm Länge, 0,02 bis $10^7\,\Omega$. Auch Silit hat einen negativen Temperaturkoeffizienten.

Bemerkenswert ist, daß Widerstände dieser Art nicht nur temperatur-, sondern, wenigstens für höhere Ohmzahlen, auch spannungsabhängig sind: Mit zunehmender Spannung wird der Widerstand kleiner. Diese Eigenschaft wird bei den Ocelitwiderständen von Conradty-Nürnberg durch Verwendung als Spannungsableiter ausgenutzt.

Bezugsquellen: Firmenverzeichnis Nr. 18, 21 und 108.

c) Statt Kohle kann man auch ein Metall verwenden, das durch Kathodenzerstäubung oder durch Aufdampfen im Vakuum in extrem dünner Schicht auf einen Isolator gebracht wird. Derartige Widerstände von 10^9 bis $10^{11}\,\Omega$ werden besonders für physikalische Messungen verwendet, z. B. parallel zu einem Saitenelektrometer geschaltet zur Messung von Stromstärken von 10^{-10} bis 10^{-12} Amp.

Um die technische Ausführung solcher Widerstände hat sich besonders F. Krüger[1]) verdient gemacht. Dieselben werden unter seiner Kontrolle durch die feinmechanische Werkstätte Dr. W. Koosmann & C. A. Malchin in Greifswald (Pommern), Domstr. 28, hergestellt. Die Platinschichten (10^6 bis $10^{13}\,\Omega$) sind auf Quarz oder Bernstein niedergeschlagen, künstlich gealtert und können bis auf weniger als 1 % abgeglichen geliefert werden. Sie gehorchen dem Ohmschen Gesetz, können bis 2 kV belastet werden, sind praktisch kapazitäts- und selbstinduktionsfrei und daher frequenzunabhängig. Ihr Temperaturkoeffizient ist negativ (!), 2 bis 4 ‰ pro Grad. (Preis 55 bis 60 *RM.*)

20

[1]) Krüger, F., ZS. f. techn. Phys. 10, 495, 1929.

P. Wenk und M. Wien[1]) zerstäuben Platin und Silber auf Calan (S. 24) und erhalten so Widerstände von 0,1 bis $10^9\,\Omega$ von sehr kleiner Selbstinduktion, die sich für Frequenzen bis 10^6 Hertz bewähren.

d) **Flüssigkeitswiderstände.** Die früher verwendeten, unten angeführten Vorschriften dürften durch die eingehenden theoretischen und experimentellen Arbeiten von Gemant[2]) überholt sein. Er stellt in einer nichtleitenden Flüssigkeit eine geringe, wohldefinierte Ionenkonzentration her und sorgt für genügende Ionenreserve, damit das Ohmsche Gesetz befolgt wird. Dies ist bis 3 kV/cm der Fall. Er verwendet Benzol mit 0,7 % Pikrinsäure (= $^1/_3$ der Sättigung) und einen variablen Zusatz von Alkohol. Die Leitfähigkeit nimmt mit dem Alkoholgehalt nach einem logarithmischen Gesetz ab. Vgl. die folgende Tabelle.

Volum % Alkohol	Spezifischer Widerstand	Volum % Alkohol	Spezifischer Widerstand
100	$3{,}23 \cdot 10^3$	5	$9{,}10 \cdot 10^9$
60	$1{,}37 \cdot 10^4$	3	$4{,}75 \cdot 10^{10}$
30	$2{,}95 \cdot 10^5$	2	$1{,}16 \cdot 10^{11}$
20	$1{,}73 \cdot 10^6$	1	$4{,}55 \cdot 10^{11}$
10	$1{,}76 \cdot 10^8$	0	$1{,}28 \cdot 10^{12}$

Verwendet man z. B. 50 g Benzol, 2,8 g Alkohol (96%), 0,35 g Pikrinsäure, so hat der cm-Würfel der Mischung $10^{10}\,\Omega$. Die Widerstandsgefäße (Glasröhren) werden mit eingeschmolzenen Platindrahtelektroden versehen, die man zweckmäßig mit Platinschwarz überzieht. Vorsicht beim Zuschmelzen bzw. Zukitten — Pikrinsäure ist ein Sprengstoff!
Die Widerstände können dauernd mit 10^{-5} bis 10^{-4} Amp. belastet werden. (Versuche mit Gasentladungen.) Sie finden ferner zur Messung der Kapazität von mit Verlusten behafteten Kondensatoren Verwendung, und sollen auch als Nebenschluß zu Elektrometern (vgl. S. 139) brauchbar sein. Ein vom Verfasser hergestellter Gemantwiderstand zeigte allerdings merkliche Polarisation.
Weiter zeigte Gemant, daß man den Temperaturkoeffizienten durch einen Phenolzusatz von bestimmter Größe (bei üblichen

[1]) Wenk, P. und Wien, M., Phys. ZS. **35**, 145, 1934.
[2]) Gemant, A., ZS. f. techn. Phys. **8**, 491, 1927; Wiss. Veröff. a. d. Siemenskonzern **6**, 58, 1928; **7**, 134, 1928.

Widerständen etwa 10 bis 20 %, Kurvendarstellung in der Arbeit von Gemant) zu Null machen kann.

Früher verwendete man gerne „Mangnaninilösung" (1300 $\Omega \cdot$ cm, $\alpha = 2\,^0/_{00}$/Grad), bestehend aus 121 g Mannit, 41 g Borsäure, 0,06 g Chlorkalium auf 1 Liter Flüssigkeit. Nicht frei von Polarisation.

Hittorf empfahl eine nahe konzentrierte Lösung von Jodcadmium in Amylalkohol mit Elektroden aus amalgamiertem Cadmium ($2{,}5 \cdot 10^4\,\Omega \cdot$ cm); für Versuche mit Gasentladungen früher viel verwendet.

Campbell[1]) gab eine Lösung aus 90 % technischem Xylol und 10 % absolutem Alkohol an (etwa $10^{10}\,\Omega \cdot$ cm, $\alpha = 1$ %/Grad). Platinierte Platinelektroden. Diese früher nicht selten benutzten Widerstände scheinen die Erwartungen nicht ganz erfüllt zu haben.

In einer kurzen Arbeit empfahl Rollefson[2]) eine 2 bis 10 %ige Lösung von Jod in Benzin ($1 - 5 \cdot 10^{11}\,\Omega \cdot$ cm, $\alpha \approx 1$ %/Grad). Als Widerstand für Geiger-Müller-Zählrohre benutzte Libby[3]) Pentan mit 7 % Isopropylalkohol. Spezifischer Widerstand und Temperaturkoeffizient werden nicht angegeben.

e) Über die früher besonders bei radioaktiven Messungen beliebten, jetzt wohl nur selten benutzten Bronsonwiderstände, bei denen ein ionisiertes Gas den Widerstand bildet, findet sich Literatur bei H. L. Bronson[4]). } 21

f) Für Versuche mit Spitzenzählern sollen sich nach Riezler[5]) besonders unterheizte Elektronenröhren als „Hochohmwiderstände" eignen. Für ähnliche Zwecke hat sich bei uns eine „auf höchste Isolation gebaute" lichtelektrische Natriumzelle gut bewährt.

---

[1]) Campbell, N., Phil. Mag. **23**, 668, 1912.
[2]) Rollefson, G. K., Science **60**, 226, 1924.
[3]) Libby, W. F., Phys. Rev. **42**, 440, 1932.
[4]) Bronson, H. L., Amer. Journ. of Science **19**, 185, 1905; Phil. Mag. **11**, 143, 1906; Geiger und Makower, l. c., Fußnote 1, S. 118; Wiensches Handb. d. Experimentalphys., l. c.
[5]) Riezler, W., Ann. d. Phys. **23**, 198, 1935.

VIII. Thermoelemente

Die praktische Anwendung von Thermoelementen betrifft zwei ziemlich getrennte Gebiete: Einmal werden sie benutzt, um die Celsiustemperatur (oft genügt eine Genauigkeit von einigen Graden) zu messen, wenn kein geeignetes Quecksilberthermometer (für genügend hohe Temperaturen oder mit genügend kleinem Quecksilbergefäß) vorhanden ist, oder wenn ein solches an dem Ort, wo die Temperatur zu messen ist, nicht abgelesen werden könnte. Zweitens sind sie unentbehrlich zur Messung kleinster Temperaturdifferenzen. Wenn diese im besonderen durch eine Strahlung hervorgebracht werden, so wird die temperaturempfindliche Stelle um so schneller (und somit höher) erwärmt werden, je kleiner ihre Wärmekapazität ist. Hier zeigt sich vor allem die eminente Überlegenheit über das Quecksilberthermometer, das bei großer Empfindlichkeit sehr viel zu erwärmendes Quecksilber benötigen würde. Bei Thermosäulen, die zur Messung kleiner Temperaturdifferenzen dienen, unterscheidet man zwischen Temperaturempfindlichkeit und Strahlungsempfindlichkeit.

1. Thermoelemente an Stelle von Quecksilber- (oder Gas-) Thermometern

Das Maß für die fragliche Temperatur ist die Spannung an den Klemmen des Thermoelementes, nicht die Stromstärke, welche von dem angeschalteten Galvanometer gezeigt wird. Technisch einfacher ist es aber, die letztere zu messen. Man muß dann die durch Temperaturänderung bedingte Widerstandsänderung der Drähte berücksichtigen oder genügend klein machen. Da außerdem die Thermokraft stark von kleinen Verunreinigungen der Metalle beeinflußt werden kann, ist es am besten, die benutzten Thermoelemente mit Galvanometer und Zuleitungen, wie sie zu den Versuchen dienen, zu eichen. Der Peltiereffekt bewirkt, daß der das Thermoelement durchfließende Strom die heiße Lötstelle [1])

[1]) Eine eigentliche „Lötstelle" ist nicht erforderlich. Die Drahtenden müssen nur guten Kontakt haben: dies läßt sich durch Verlöten, Verschweißen, eventuell sogar nur durch Verdrillen erreichen. Kantarowicz, O. und Reinicke, R. (ZS. f. techn. Phys. 11, 547, 1930) empfehlen die Verbindung durch Schwammgold, ohne Erhitzung.

abkühlt und die kalte erwärmt; die dadurch entstehenden Fehler sind jedoch sehr klein und können wohl immer vernachlässigt werden. Die übliche Schaltung eines einzelnen Elementes ist in Abb. 36a, eine auf dasselbe hinauskommende Schaltung, die sich besonders für Kupfer-Konstanten-Elemente eignet, in Abb. 36b skizziert. Der Kupferdraht ist durch ——, der Konstantandraht durch ═══ bezeichnet. Die Lötstelle A bringt man auf die zu messende Temperatur, B hält man auf definierter Temperatur (Eis; für rohe Messungen Zimmertemperatur).

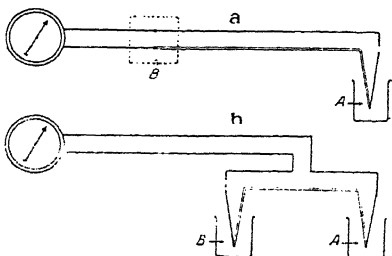



Abb. 36. Thermoelementschaltungen

Sollte der Galvanometerausschlag zu klein sein, so schaltet man in der in Abb. 37 gezeichneten Weise eine Anzahl von Elementen hintereinander. Dies empfiehlt sich besonders auch, wenn man den Mittelwert der Temperatur in einem Raum benötigt.

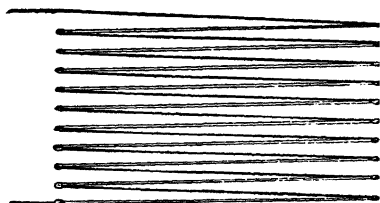



Abb. 37. Hintereinanderschaltung von Thermoelementen

Will man die Nachteile, die in der Methode der Strommessung begründet sind, umgehen, so wendet man eine von St. Lindeck[1]) beschriebene Kompensationsschaltung an (Abb. 38):

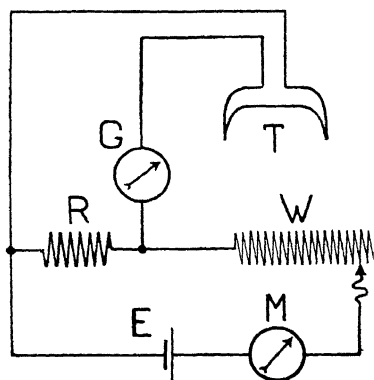



Abb. 38. Kompensationsschaltung

In dem Stromkreis des Akkumulators E liegt ein Milliamperemeter M, ein Schieberwiderstand W von etwa 2000 Ω und ein fester Widerstand (Büchse) R von 0,01 Ohm. Von den

[1]) Lindeck, St., ZS. f. Instrkde. **19**, 249, 1899.

Klemmen von R ist die Abzweigleitung über das Galvanometer G zu dem Thermoelement T gelegt. Man reguliert W, bis G stromlos ist und liest die Stromstärke bei M ab. Bei dem angegebenen Wert von R entspricht 1 mA 10 Mikrovolt.

In Abb. 39 ist die elektromotorische Kraft der gebräuchlichen Kombinationen als Funktion der Temperatur dargestellt. Er-

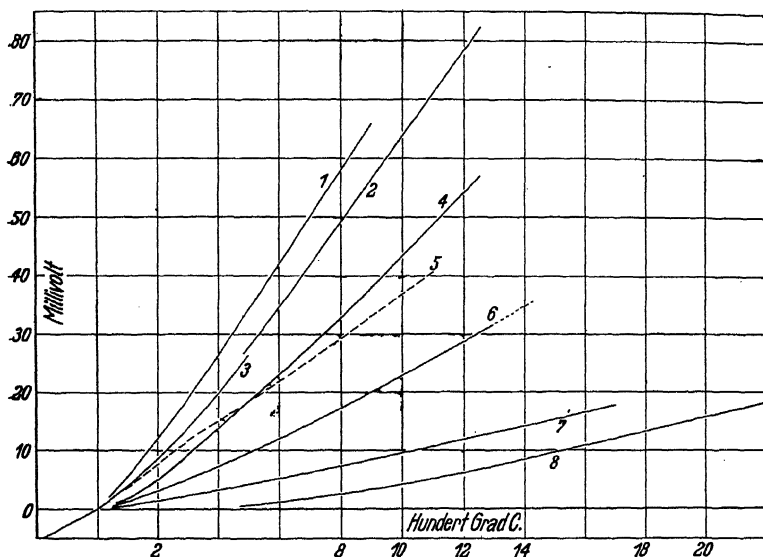



Abb. 39. Elektromotorische Kraft von Thermoelementen.
1. Konstanten/Chromnickel. 2. Rheniumlegierung. 3. Kupfer/Konstantan. 4. „Pallaplat". 5. Nickel/Chromnickel. 6. Rheniumlegierung. 7. Platin/Platin-Rhodium. 8. Molybdän /Wolfram (Legierungen)

wünscht ist natürlich ein steiles Ansteigen der Kurve, ein möglichst geradliniger Verlauf und, für manche Zwecke, Verwendbarkeit bis zu hohen Temperaturen. Die für die Konstruktion der Kurven benötigten Angaben sind entnommen: Für 1, 3, 5 und 7 den „Wärmetabellen der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt" von L. Holborn, K. Scheel und F. Henning (Braunschweig 1919), für 4 der Druckschrift von Heraeus, Hanau [1]) und für 2, 6 und 8 der der Platinschmelze G. Siebert in Hanau. Die Abbildung zeigt u. a., daß die Thermokraft des Platin-Platinrhodium-

[1]) Vgl. Rohn, W., ZS. f. Metallkde. **19**, 138, 1927.

elementes, das wegen seiner genauen Reproduzierbarkeit als Normalelement für Präzisionsmessungen unentbehrlich wurde, besonders klein ist, ferner, daß die vorzüglichen Elemente aus Rheniumlegierungen (Nr. 2: Pt + Re/Pd + Au) einen entschiedenen Fortschritt darstellen [1]).

Die Technik der Temperaturmessung mit Thermoelementen ist ausführlich von Henning [2]) sowie von Knoblauch und Hencky [3]) dargestellt, so daß sich die Beschreibung hier erübrigt. Neuerdings wurden die zur Vermeidung von Meßfehlern notwendigen Vorsichtsmaßregeln von White [4]) veröffentlicht. Auch in der 17. Auflage (1935) von Kohlrausch, Lehrbuch der praktischen Physik, finden sich (S. 158) zahlreiche Angaben über Thermoelemente.

Das Kupfer-Konstantan-Element wurde von Giauque und seinen Mitarbeitern [5]) bis — 258° C untersucht. Seine Thermokraft läßt sich in diesem Gebiet bis auf ± 0,05° genau durch eine Gleichung 2. Grades darstellen [6]).

Sehr angenehm zur Anfertigung dieser Elemente sind die von Siemens & Halske hergestellten Kupfer-Konstantan-Drähte, die erst einzeln und dann gemeinsam mit Seide umsponnen sind.

Es sei erwähnt, daß man den Konstantandraht nicht etwa durch einen Manganindraht ersetzen darf: Manganin hat eine besonders kleine Thermokraft gegen Kupfer. Dagegen empfiehlt sich die Kombination Konstantan/Manganin.

Konstantan- und Chromnickeldrähte, die eine hohe Termokraft ergeben, liefert die Platinschmelze Heräus-Hanau.

Für die Temperatur des flüssigen Wasserstoffes ist das sonst unbrauchbare Element Silber/Gold geeignet, auch Gold/Neusilber oder Platin/Neusilber, ferner Gold + 1 % Kobalt/Silber + 1 % Gold. In der Nähe des absoluten Nullpunktes verschwinden alle Thermokräfte (nach Kohlrausch, l. c.).

---

[1]) Bezugsquelle: Firmenverzeichnis Nr. 106.

[2]) Henning, F., „Die Grundlagen, Methoden und Ergebnisse der Temperaturmessung". Braunschweig 1915.

[3]) Knoblauch, O. und Hencky, K., „Anleitung zu genauen technischen Temperaturmessungen". München-Berlin 1926.

[4]) White, W. P., Rev. Scient. Instr. 4, 142, 1933; vgl. auch: Goedecke, W., Siebert Festschrift, S. 72 (Hanau 1931).

[5]) Giauque, W. F., Buffington, R. M. und Schulze, W. A., Journ. Amer. Chem. Soc. 49, 2343, 1927.

[6]) Wiebe, R. und Brevcort, M. J., Rev. Scient. Instr. 2, 450, 1931.

Thermoelemente für hohe Temperaturen beschrieb Feußner[1]. Die Kombination Iridium/(60 % Rhodium + 40 % Iridium) ist bis 2000° brauchbar, der Spannungsverlauf ist gut linear und die Thermokraft bei 2000° C 10,85 mV. Siebert gibt die Daten für ein Wolfram-Molybdänelement bis 2200° C an (Abb. 34, Nr. 8). Die Hoffnungen, die man auf die schwerschmelzenden Metalle Wolfram, Tantal und Molybdän gesetzt hat[2], scheinen sich nicht ganz zu erfüllen, da diese Metalle zu stark oxydabel sind.

2. Thermoelemente zur Messung schwacher Wechselströme

Bekanntlich ist neben dem Bolometer (Prinzip der Widerstandsänderung, wie bei dem Platinthermometer) das Thermoelement der beste Indikator für kleine Temperaturdifferenzen. Die Empfindlichkeit der beiden rivalisierenden Instrumente ist von gleicher Größenordnung. Die Anordnung dieser Thermoelemente unterscheidet sich von der unter 1 beschriebenen in wesentlichen Punkten: Die Drähte sind nun viel kürzer, oft nur wenige Millimeter lang; man legt großen Wert auf möglichst hohe Thermokraft und verzichtet dafür oft auf normale, fabrikmäßig herstellbare „Drähte".

a) Das Thermokreuz nach Klemençic, das sich besonders zur Messung schwacher Wechselströme mittels des Galvanometers eingebürgert hat. Es besteht aus zwei über Kreuz gespannten Haardrähten [meist Konstantan (*a*) und Eisen oder Platin (*b*)]. Zwei Enden (*a* und *b*) sind mit dem Galvanometer verbunden, die beiden anderen mit der Stromquelle. An der Kreuzungsstelle werden die Drähte (z. B. mit Hilfe der auf S. 35 beschriebenen Vorrichtung) weich oder besser hart verlötet, oder durch einen Funken verschweißt (S. 38). Vorteilhaft ist es, die Drähte *a* und *b* vor der Lötung umeinanderzuschlingen, so daß jeder einen rechten Winkel bildet. Infolge der Anordnung des Kreuzes haben die beiden Stromkreise einen Punkt, die Lötstelle, gemeinsam. Vielfach ordnet man die Drähte im Innern eines möglichst hoch evakuierten Rohres an, wodurch sich die Empfindlichkeit erheblich (20fach) steigern läßt (vgl. S. 152).

---

[1] Feußner, O., E. T. Z. 48, 535, 1927; 54, 155, 1933.
[2] Vgl. Pirani, M. und Wangenheim, G. v., ZS. f. techn. Phys. 6, 358, 1925; auch Fink, G. G., ZS. f. angew. Chem. 25, 2462, 1912.

Meist schaltet man so, daß das Galvanometer z. B. an den vorderen Enden von *a* und *b* liegt, die Wechselstromquelle an den rückwärtigen. Oder man schickt den Wechselstrom durch den einen Homogendraht und legt das Galvanometer an das Ende dieses Heizdrahtes sowie an ein Ende des Kreuzdrahtes, dessen anderes Ende frei bleibt. Wie Diesselhorst[1]) zeigte, ergeben sich bei der Eichung des Elements bei beiden Schaltungen Übelstände. Bei der zweiten Schaltung kommt man jedoch zu einwandfreien Resultaten, wenn man parallel zu dem Heizdraht einen Nebenschluß von vielmals höherem Widerstand legt und auf diesem den Punkt aufsucht, der bei sehr schwachem Strom gegen die Kreuzstelle des Thermoelements keine Spannung besitzt. Wenn man dann das Galvanometer zwischen diesen Punkt und das eine Ende des Kreuzdrahtes legt, so zeigt es bei stärkeren Heizströmen die reine thermoelektrische Spannung. Ein Rest Ohmschen Spannungsabfalls läßt sich durch Kommutieren des Heizstromes beseitigen.

Neuerdings bevorzugt man einen „Heizdraht" (z. B. Platin), in dessen Mitte die Lötstelle eines etwa aus Chromnickel- und Konstantandrähten bestehenden Thermoelementes angebracht wird[2]).

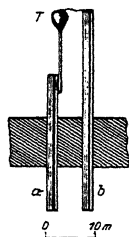



Abb. 40. Austinsches Thermoelement

b) Austinsches Element. L. A. Austin[3]) verwendet für Wechselstrommessungen die Kombination Tellur gegen Platin oder Konstantan. Man stellt diese vielbenutzten Thermoelemente nach seiner Vorschrift auf folgende Weise her: Zwei steife Kupferdrähte *a* und *b* (Abb. 40) von etwa 2 mm Durchmesser werden in Durchbohrungen eines Zylinders aus Hartgummi oder einem ähnlichen Isolationsmaterial im gegenseitigen Abstand von etwa 4 mm befestigt. Ein Platindraht von 0,6 bis 1 mm Durchmesser wird am Ende in der Gebläseflamme weißglühend gemacht und mit einem kleinen Tellurkristall in Berührung gebracht. Sofort schmilzt das Tellur (Schmelzpunkt 452⁰) an dem

[1]) Diesselhorst, H., Verh. d. D. Phys. Ges. 4, 23, 1923.
[2]) Vgl. Dunlop, G. C. und Trump, J. G., Rev. Scient. Instr. 8, 37, 1937; ferner den zusammenfassenden Aufsatz von Köhler, J. W. L. in Philips techn. Rundschau 3, 170, 1938.
[3]) Austin, L. W., Bull. Bur. of Stand. 7, 301, 1911; Phys. ZS. 12, 1226, 1911.

Draht fest. Man hält es einen Augenblick über die Spitze eines kleinen Flämmchens, bis es wieder schmilzt und einen Tropfen T bildet. Nachdem dieser erstarrt ist, schneidet man den Platindraht einige Millimeter unter dem Kügelchen ab und lötet ihn (mit Zinnlot) an das Ende des Drahtes a. An die Spitze von b, die in gleicher Höhe liegt wie das Tellur, wird ein Platin- oder Konstantan-Haardraht von etwa 0,02 mm Durchmesser gelötet und so gebogen, daß er auf kürzestem Wege das Tellur berührt. Endlich verschweißt man die Berührungsstelle durch den Funken eines kleinen Induktors (S. 38).

3. Thermoelemente für Strahlungsmessungen

Die in dem 1. Abschnitt beschriebenen Thermoelemente werden in solchen Fällen benutzt, bei denen die zur Verfügung stehende Wärmemenge groß ist gegen die von der Lötstelle aufgenommene. Die Lötstelle wird sich daher in kurzer Zeit auf die zu messende Temperatur erwärmen. Anders liegen die Verhältnisse, wenn bei der Messung einer Strahlung nur sehr geringe Wärmeenergie zur Verfügung steht. Da der Galvanometerausschlag bei gegebener Thermokraft der Temperaturdifferenz der Lötstellen proportional ist, müssen wir das Element so konstruieren, daß die Lötstelle durch die auffallende, oft sehr schwache Strahlung möglichst stark erwärmt wird, so also, daß die „Strahlungsempfindlichkeit" möglichst groß wird. Ferner ist anzustreben, daß schon nach wenigen Sekunden ein Wärmegleichgewicht erreicht ist, damit die Einstelldauer kurz werde. Mit den steigenden Anforderungen der Ultrarotspektroskopie, für die ein möglichst empfindliches Meßinstrument eine Lebensfrage ist, wurde von zahlreichen Physikern eine große Summe von Arbeit auf dieses Problem verwandt, und viele verschiedene Methoden wurden z. B. zur Erlangung möglichst zarter „Drähte" veröffentlicht.
Wenn auch die meisten Thermosäulen dieser Art, wie Cartwright sagt, „intuitiv konstruiert wurden", so hat es doch nicht an Versuchen gefehlt, rechnerisch die günstigsten Bedingungen zu ermitteln. Hier sind zu nennen die ältere Arbeit von Johansen[1]) und neuere Untersuchungen von Cartwright[2]),

---

[1]) Johansen, E. S., Ann. d. Phys. **33**, 517, 1910.
[2]) Cartwright, C. H., Rev. Scient. Instr. **1**, 592 (Theorie), 602 (Experimentelles); S.-A. Physics **1**, 211, 1931; ZS. f. Phys. **92**, 153, **1934**.

der von den bekannten Überlegungen von Ising[1]) und Czerny[2]) ausgeht und die für einzelne Fälle günstigsten Verhältnisse berechnet. In seiner Arbeit in der Zeitschrift für Physik dehnt Cartwright den Vergleich auch auf Bolometer, Radiometer und Mikroradiometer aus, und es empfiehlt sich sehr, vor dem Bau eines dieser Instrumente die Abhandlung zu lesen. (Thermoelemente und Bolometer sind bestenfalls gleich empfindlich und dann den anderen Instrumenten überlegen.) Auch Firestone[3]) veröffentlichte eine Theorie der Thermoelemente für Strahlungsmessungen. Johansen, Cartwright und Firestone wenden die Theorie auf den Bau ihrer Thermoelemente an[4]). 22

Ein Eingehen auf die theoretische Seite liegt nicht im Rahmen dieses Buches, zumal die Folgerungen der oben genannten Physiker nicht immer übereinstimmen.

Nach Johansen soll die Thermokraft der Metallkombination möglichst groß sein. Diese ist für die gebräuchlichen Elemente in der folgenden Tabelle in Mikrovolt (10^{-6} Volt) pro Grad angegeben:

Konstantan-Kupfer[5])	41
Konstantan-Manganin	41
Konstantan-Eisen	53
Konstantan-Chromnickel[4]) ..	56
Wismut-Eisen..............	92
Wismut-Antimon...........	100
95 Bi + 5 Sn — 97 Bi + 3 Sb (Legierung von Hutchins).	120
Tellur-Nickel...............	330—520
Tellur-Platin	ca. 500
Tellur-Wismut	500—550

Die Werte von Wismut ändern sich mit der Kristallorientierung, sie können sich bei ungünstiger Richtung fast auf die Hälfte verringern. — Tellur kommt in zwei Modifikationen, α und β, vor. Die hohe Thermokraft ist nach Haken[6]) der β-Modifikation eigentümlich, die man bei rascher Abkühlung des geschmolzenen Metalls erhält. Das β-Tellur ist besonders spröde und brüchig und hat ein etwa 100mal kleineres elektrisches Leitvermögen als

[1]) Ising, G., Phil. Mag. **11**, 827, 1926.
[2]) Czerny, M., Ann. d. Phys. **12**, 993, 1932.
[3]) Firestone, F. A., Rev. Scient. Instr. **1**, 630, 1930.
[4]) Siehe auch Theissig, H., Phys. ZS. **38**, 557, 1937.
[5]) Vgl. auch Abb. 39, S. 144.
[6]) Haken, W., Ann. d. Phys. **32**, 291, 1910.

die α-Modifikation. Die Thermokräfte von $\beta : \alpha$ (gegen Kupfer) verhalten sich nach Haken wie 500 : 160. — Noch höher (etwa 1000 μV) ist die Thermokraft von Silicium, das aber für diesen Zweck kaum in Betracht kommen dürfte. Nach Cartwright ist überhaupt nicht so sehr eine hohe Thermokraft maßgebend als vielmehr eine große Wiedemann-Franzsche Zahl, d. h. die elektrische Leitfähigkeit des Metalls soll groß, die Wärmeleitfähigkeit klein sein.

Für verhältnismäßig grobe Elemente kann man die feinsten Haardrähte von Hartmann & Braun (S. 122) verwenden. Auf die Verbindungsstelle schweißt (oder kittet) man ein Scheibchen aus Silberblech von einigen wenigen mm² Fläche, das geschwärzt wird und die auffallende Strahlung absorbiert. Die Durchmesser der beiden Drähte müssen nach Johansen so gewählt werden, daß das Verhältnis Wärmeableitung : elektrischer Widerstand in beiden gleich groß ist, z. B. 23 μ Eisen und 45 μ Konstantan oder 24 μ Eisen und 75 μ Wismut. Bei gleicher Dicke würde im ersten Beispiel die Empfindlichkeit um 17 % verringert.

Zahlreiche Methoden sind zur Herstellung von „Drähten" von geringerer Masse, die ja nur wenige Millimeter lang zu sein brauchen, angegeben worden:

Moll [1]) verwendet „Thermoblech", das folgendermaßen hergestellt wird: Eine 4 mm dicke Platte aus Konstantan wird mit möglichst wenig Silberlot stumpf an eine ebenso dicke Manganinplatte gelötet, Kante an Kante. Dann walzt man in der Richtung der Silbernaht aus, bis eine Folie von nur 1 bis 0,5 μ Dicke entstanden ist, deren eine Hälfte aus Manganin, deren andere aus Konstantan besteht. Aus diesem Thermoblech schneidet man senkrecht zu der Lötnaht die Streifchen.

Bezugsquelle für derartige, fertig montierte Elemente, nicht für Thermoblech: Kipp & Zonen, Delft, für Deutschland: Leybolds Nachf., Köln.

C. Müller stellt nach seiner Methode (S. 116) einen Streifen Nickelfolie her, dessen eine Hälfte verchromt und dessen andere verkupfert wird. Glüht man nun die Folie, so diffundieren die Metalle ineinander, d. h. es bildet sich Chromnickel und Kupfer-Nickel = Konstantan [2]). Die Dicke des Streifens beträgt nur 0,1 μ.

---

[1]) Vgl. Ornstein, Moll und Burger, „Objektive Spektralphotometrie". Braunschweig 1932.

[2]) Müller, C., Naturwiss. **19**, 416, 1931.

Taylor[1]) füllt ein Glasrohr (aus calziumfreiem Glas) mit dem geschmolzenen Metall, erhitzt das Rohr, bis das Glas weich geworden ist und zieht es dann durch ein konisches Loch in einem Kupferklotz. Er erhielt so feine Drähte aus Cu, Ag, Au, Pb, Sn, Cd, Th, Fe, Co, Ca, In, Bi und Sb mit einem Glasüberzug, der später mit Flußsäure entfernt wurde. Cartwright benutzte für seine Elemente Taylor-Drähte von 2 bis 15 μ aus der Legierung von Hutchins[2]).

Pfund[3]) wendet einen eleganten Kunstgriff an, um die spröden, aber relativ leicht schmelzbaren Metalle in die erforderliche Form von dünnen Fäden zu bringen: Er schmilzt etwa 10 g in einem kleinen Porzellantiegel (den man vorher zweckmäßig mit einem aus kräftigem Eisendraht gebogenen Griff versieht) und schleudert das geschmolzene Metall tangential auf eine große Glasplatte. Es erstarrt dort momentan zu einem Klex, von dem zahlreiche feine Fäden ausgehen. Von diesen sucht man sich geeignete Stückchen aus, schneidet sie mit einem feinen Messer durch und hebt sie mit einer Pinzette vom Glas ab. Pfund schreibt weiter: „Viele dieser Fäden waren zu dünn, um überhaupt behandelt werden zu können. Die tatsächlich benutzten waren ungefähr 0,15 mm breit und 0,01 mm dick.“ Das eigenartige Lötverfahren ist in der zitierten Arbeit genau beschrieben.

Nachdem man gelernt hatte, dünne Metallschichten durch Verdampfung oder Kathodenzerstäubung zu erzeugen, wurde dieses Verfahren häufig zur Herstellung von Thermoelementen benutzt[4]). Als Unterlage verwendet man einen möglichst dünnen Glimmerstreifen oder besser ein Celluloidhäutchen. Um später den Strom sicher ableiten zu können, „armiert“ man erst die beiden Enden z. B. durch dick aufgedampftes Gold, dann deckt man die eine Hälfte des Streifens ab und dampft z. B. Antimon auf, hierauf nach Abdeckung der anderen Hälfte z. B. Wismut, so daß sich

---

[1]) Taylor, G. F., Phys. Rev. **23**, 655, 1934.

[2]) Taylor-Drähte verwendet auch G. Rosenthal (ZS. f. Instrkde. **59**, 1939) zur Konstruktion eines sehr empfindlichen Thermoelementes.

[3]) Pfund, A. H., Phys. ZS. **13**, 870, 1912.

[4]) Burger, H. C. und Cittert, P. H. van, ZS. f. Phys. **66**, 210, 1930; Klemensiewicz, Z. und Wasowicz, Z., ebenda **71**, 817, 1931; Harris, L. und Johnson, E. A., Rev. Scient. Instr. **5**, 153, 1934; auch Phys. Rev. **45**, 635 und 641, 1934; Jones, R. V., Journ. Scient. Instr. **11**, 247, 1934; Picker, E. und Rudinger, G., ZS. f. techn. Phys. **16**, 265, 1935.

die beiden Belage einige Zehntel Millimeter überdecken. In vielen neueren Arbeiten wird diese Methode angewandt, häufig mit Wismut/Antimon, manchmal auch mit Tellur/Wismut.

Damit die auffallende Strahlung möglichst vollkommen absorbiert werde, schwärzt man die „Lötstelle" nach einer der S. 181 angegebenen Methoden. Weil andererseits durch die Schwärzung die (sehr langwellige) Ausstrahlung des erwärmten Empfängers vergrößert wird, soll man sie nicht anwenden, wenn die auffallende Strahlung auch von dem blanken Empfänger absorbiert würde (Röntgenstrahlen, kurzwelliges Ultraviolett [1]).

Die Temperatur der Lötstelle wird ferner um so höher steigen, je weniger Wärme durch die die Lötstelle umgebende Luft fortgeführt wird. Daraus folgt, daß es zweckmäßig ist, das Thermoelement ins Vakuum zu setzen, und in der Tat sind z. B. die Elemente von Kipp & Zonen und von Müller in dünnwandige Glaskolben, ähnlich wie kleine Glühlampen, eingeschlossen. Je kleiner die Wärmeableitung durch die Drähte, desto größer ist die Empfindlichkeitszunahme beim Evakuieren. Man erreicht das 20- bis 30fache und eine Verbesserung des Vakuums von 10^{-3} auf 10^{-4} mm gibt nach Cartwright eine Steigerung der Empfindlichkeit auf das Doppelte. Leider ist Glas nur in einem kleinen Wellenlängenbereich durchlässig, so daß man oft ein Fenster vor der Lötstelle anbringen muß. Bei 2 mm Dicke des Fensters werden 10 % der Strahlung absorbiert (ungefähre Werte):

Glas	$\lambda = 1{,}5\ \mu$	Steinsalz	$\lambda = 17\ \mu$
Quarz	$\lambda = 3\ \mu$	Sylvin	$\lambda = 20\ \mu$
Flußspat	$\lambda = 9\ \mu$		

Steinsalz und Sylvin werden durch die Luftfeuchtigkeit angegriffen. Man muß daher Fenster aus diesen Materialien entweder bei Nichtgebrauch durch Trocknung mit Phosphorpentoxyd oder metallischem Natrium oder durch einen Lackanstrich schützen. Als Lack wird eine Lösung von Schießbaumwolle in Amylacetat empfohlen, die jedoch einen Absorptionsstreifen im Ultrarot besitzt.

Über das Aufkitten von Flußspat mit Chlorsilber siehe S. 55. Meist wird man Apienzonwachs *M* vorziehen.

Um die Thermosäule nach dem Evakuieren von der Pumpe trennen und trotzdem, auch wenn sie einige Monate lang nicht

---

[1]) Vgl. Kerkhoff, F., Ann. d. Phys. **31**, 315, 1938.

gebraucht war, Versuche in sehr hohem Vakuum ausführen zu können, verwendet man zum Evakuieren häufig Aktivkohle, die zum Versuch mit flüssiger Luft gekühlt wird (S. 101 ff.).

Auch hier werden häufig mehrere Elemente zu einer **Thermosäule** hintereinandergeschaltet, wie dies in Abb. 41 angegeben ist. Die über *s* liegenden Lötstellen werden der Strahlung ausgesetzt, die über *u* vor Strahlung geschützt. Die Fläche der *s*-Lötstellen wird meist durch kleine, aufgelötete, nachträglich geschwärzte Silberplättchen vergrößert, bei *u* dagegen sind die Drähte an dicke, voneinander isolierte Kupferklötze gelötet, so daß diese Stellen die Temperaturschwankungen von *s* nicht mitmachen. Bei Temperaturschwankungen des Zimmers zeigt allerdings eine so konstruierte Säule starke Veränderungen oder eine „Drift" des Galvanometernullpunktes, weil die Temperatur der Lötstellen *s* sich schneller ändert als die von *u*. Abhilfe: Man schalte zwei Säulen verkehrt hintereinander („kompensierte Thermosäule").

Abb. 41. Thermosäule für Strahlungsmessung

Ein Verfahren zur einfachen Herstellung von Säulen aus Haardrähten oder Bändchen hat Keefer[1]) angegeben. Es besteht im Prinzip darin, daß z. B. der Eisendraht als Rechtsschraube, der Konstantandraht als Linksschraube auf ein rechteckiges Vulkanfiberstäbchen gewickelt werden. Die Kreuzungsstellen auf der Vorder- und der Rückseite des Stäbchens werden verlötet und dann durch einen Schnitt getrennt. So erhält man zwei getrennte Thermosäulen, deren *s*-Lötstellen auf der Vorderseite und deren *u*-Lötstellen auf der Rückseite des Stäbchens liegen.

Nach einem ähnlichen Prinzip bauten Kersten und Schaffert[2]) Thermosäulen: Zwei verschiedene Metalle wurden auf einer Stahlkathode elektrolytisch abgeschieden. Nach Ablösung der niedergeschlagenen Schicht erhielten sie ein Metallband, bei dem die beiden Metalle abwechselten.

---

[1]) Keefer, H., Phys. ZS. **29**, 681, 1928.
[2]) Kersten, H. und Schaffert, R., Rev. Scient. Instr. **3**, 189, 1932.

In einfacherer Weise erzeugt Jones[1]) ein ähnliches Metallband aus Konstantan und [Konstantan + Kupferüberzug]. Die Konstantanunterlage des Kupfers stört nicht, wenn die Bedingung von Johansen (S. 150) erfüllt ist. Ein langes Konstantanband (1 mm, 0,6 μ) wird spiralig so auf den Körper der Thermosäule gewickelt, daß die Windungen nebeneinander liegen. Streifchen Isolierstoffe werden parallel der Achse der Säule über alle Bänder geklebt, die freibleibenden Stücke derselben galvanisch verkupfert und dann der Isolierstoff entfernt.

Wiederholt wurden Tabellen über die Leistungsfähigkeit der besten Konstruktionen veröffentlicht[2]). Wir sehen hier davon ab, einerseits weil sich die verschiedenen Konstruktionen schwer miteinander vergleichen lassen, andererseits weil, wie Cartwright richtig bemerkt, nicht angegeben wird, in welchem Maße sich die Störungen bemerkbar machen, wenn man zu immer kleineren Ausschlägen übergeht. Ganz ungefähr kann man sagen, daß man bei einem guten Instrument 1000 mm Ausschlag erhält, wenn die Strahlung einer Meterkerze auf einen 1 mm² großen Absorber fällt.

Erwähnt sei noch die Vergrößerung des Galvanometerausschlages durch das „Thermorelais" von Moll und Burger[3]) oder ein analog gebautes „Photorelais"[4]) und die Multiplikation durch ein System von Vibrationsgalvanometern nach Hardy[5]).

Ähnlich, wie es früher O. Stern für Hitzdraht-Vakuummeter vorgeschlagen hat, kühlte Cartwright ein Thermoelement auf die Temperatur der flüssigen Luft ab. Dadurch sinkt die Ausstrahlung der Lötstelle auf etwa $^1/_{27}$ und in demselben Maße erhöht sich die Empfindlichkeit.

---

[1]) Jones, R. V., Journ. Scient. Instr. **14**, 83, 1937.

[2]) Vgl. z. B. Handb. d. Experimentalphys. von Wien und Harms Bd. 1, S. 430; Müller, C., l. c.,; Sewig, R., „Objektive Photometrie". Berlin 1935.

[3]) Moll, W. J. H. und Burger, H. C., ZS. f. Phys. **34**, 109, 1925.

[4]) Bergmann, L., Phys. ZS. **32**, 688, 1931. Vgl. auch Hill, A. V., Journ. Scient. Instr. **8**, 262, 1931 sowie Moss, E. B., ebenda **12**, 141, 1935.

[5]) Hardy, J. D., Rev. Scient. Instr. **1**, 429, 1930.

IX. Photographie

Vorbemerkung. Fast gleichzeitig mit diesem Buch ist die 2., völlig umgearbeitete Auflage meines Buches „Wissenschaftliche Photographie“ erschienen [1]). Dort sind auch die den Physiker interessierenden Fragen wie Spektralphotographie, Abbildungstreue der photographischen Schicht, Auswertung der Negative usw. ausführlich behandelt. Wir beschränken uns daher hier auf photographisch-„technische Kunstgriffe“, verweisen aber den Leser, der sich eingehender mit diesem Gebiet beschäftigen will, auf das angegebene Buch.

1. Zur Einrichtung der Dunkelkammer

Es hat sich sehr bewährt, nebeneinander einen Wandtisch — die Wasserleitung mit Trog — und einen zweiten Wandtisch anzubringen. Auf dem ersten Tisch wird nur entwickelt, auf dem zweiten nur fixiert. An jedem befindet sich eine rote (bzw. grüne) und eine gelbe Lampe, die durch Schnurzug, den man auch bei Dunkelheit leicht findet, geschaltet wird. Zum Entwickeln von orthochromatischen Platten ist ferner die folgende Einrichtung sehr empfehlenswert: In einem flachen Kasten beleuchten zwei, durch Druckknopf einschaltbare Soffittenlampen eine zwischen ihnen horizontal liegende weiße Fläche. Über dieser befinden sich zwei kräftige Glasscheiben mit zwischengelegter roter Folie für Dunkelkammerlicht. Auf die Glasscheiben stellt man die Entwicklungsglasschale. Zum Einlegen der Platte in den Entwickler und zur Beobachtung, ob und wie schnell sie sich schwärzt, begnügt man sich mit dem schwachen Licht der Lampe vom Fixiertisch. Erst gegen Ende der Entwicklung durchleuchtet man die Platte, die dazu nicht aus der Schale herausgenommen zu werden braucht, „einen Augenblick“ kräftig durch einen Druck auf den Einschaltknopf, und kann so das Bild gut beurteilen, ohne der Platte eine gefährlich große Lichtdosis zuzumuten.

---

[1]) Angerer, E. v., „Wissenschaftliche Photographie, eine Einführung in Theorie und Praxis“, 2. Aufl., Leipzig 1939 (im folgenden als „Wissensch. Photogr.“ zitiert).

Zur Verarbeitung von ultrarotempfindlichen Platten benötigt man eine Dunkelkammerlampe, deren Lichtfilter die gerade im Ultrarot sehr intensive Strahlung der Glühlampe sicher absorbiert. Gegen grünes Licht sind diese Platten recht wenig empfindlich. Davon macht ein von Leiber[1]) angegebenes Filter Gebrauch: Man löst in 3,5 Liter Wasser 1 kg blaue Kupfersulfatkristalle, ferner in 0,5 Liter Wasser 25 g Kaliumbichromat, das das kurzwellige Licht mit Sicherheit absorbiert. Die beiden Lösungen werden zusammengegossen und ergeben in 7 cm Schichtdicke ein Lichtfilter, das nur grünes Licht durchläßt. Leiber[1]) empfiehlt die Lösung in eine große Flasche zu gießen, durch deren Kork ein unten geschlossenes Glasrohr gesteckt ist, in dem eine kleine Röhrenlampe brennt. Dieses Filter hat sich bei vielen Versuchen des Verfassers bestens bewährt.

Sehr bequem ist ein Pendel mit schwerem Bleiklotz und P-förmig gebogener Stange, deren oberes horizontales Stück ein Tischchen trägt. Man hängt das Pendel an den Entwicklungstisch, versetzt es in Schwingungen und stellt die Schale auf das Tischchen.

Im allgemeinen soll die Dunkelkammer jeweils so hell beleuchtet sein, als es die eben verwendeten Platten, Filme oder Papiere mit Sicherheit vertragen und es muß sehr geraten werden, dies beim Beginn einer längeren Arbeit zu prüfen. Man schneidet dazu ein Streifchen von einer Platte, Film oder Papier ab, wickelt es so in schwarzes Papier, daß man es schrittweise aus der Hülle herausziehen kann und exponiert in mäßiger Entfernung von der Lampe: Etwa das erste Stück 54 sec, das nächste 18, dann 6, 2, 1 und 0 sec. So verhalten sich die Gesamtbelichtungen wie 81 : 27 : 9 : 3 : 1 : 0. Die Entwicklung zeigt dann, wieviele dieser Streifen sich schwärzen. Daß möglichst langwelliges Licht durchaus nicht die beste Dunkelkammerbeleuchtung ist, haben Arens und Eggert[2]) gezeigt.

Sehr angenehm ist ferner in der Dunkelkammer eine sogenannte Telephonuhr (womöglich mit Leuchtzifferblatt), die durch Druck auf einen Knopf aufgezogen wird und nach Ablauf von 3 (und 6) min ein Glockensignal gibt.

---

[1]) Leiber, F., Photogr. Industr. **31**, 1063, 1933.

[2]) Arens, H. und Eggert, J., ZS. f. wissensch. Photogr. **24**, 230, 1926. Vergl. auch Liempt, J. A. M. van und Kreveld, A. van, Physica **5**, 346, 1938.

Um käufliche Platten bei Dunkelkammerlicht oder sogar in völliger Dunkelheit auf bestimmte Formate zuzuschneiden, benutzt man als Lineal ein Brettchen mit vorstehender Anschlagleiste (Abb. 42). Man legt die Platte mit der Schicht nach unten auf einige Blätter sauberes Filtrierpapier, schiebt das Lineal von links auf, bis die Schiene am linken Plattenrand anliegt und drückt es, während man mit dem Diamanten schneidet, kräftig auf die Platte. — Meist hält die Gelatineschicht die beiden Stücke der Platte wie ein Scharnier zusammen. Wenn man kleine Platten auf Vorrat schneidet, läßt man diese Verbindung bestehen, damit sich die Stücke nicht bei der Aufbewahrung scheuern. — Es gibt viele Möglichkeiten, in völliger Dunkelheit die Schicht einer Platte von ihrer Glasseite zu unterscheiden. Am sichersten ist es, mit dem Nagel des Zeigefingers mit sanftem Druck die Oberfläche zu kratzen.

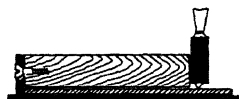



Abb. 42.
Lineal zum Plattenschneiden

2. Plattensorten

a) Käufliche Platten bzw. Filme. Eine photographische Schicht ist durch folgende Bestimmungsstücke charakterisiert:

Durch ihre Empfindlichkeit, d. h. diejenige Lichtenergie, die bei optimaler Entwicklung eine Schwärzung $S = 0{,}1$ über dem Schleier, entsprechend einer Lichtabsorption der geschwärzten Stelle von 20,6 % verursacht. Diese Empfindlichkeit (für Tageslicht) wird vorzugsweise in DIN-Graden angegeben. Gegenwärtig (1939) haben die empfindlichsten Schichten etwa $\frac{21^0}{10}$ DIN. Verdoppelung der Empfindlichkeit ergibt eine um $\frac{3^0}{10}$ DIN höhere Nummer.

Durch ihre „Schwärzungskurve“, die Änderung der Schwärzung mit zunehmender Belichtung. Je größer diese Änderung ist, desto „härter“ arbeitet die Schicht (Reproduktionsplatten für Strichzeichnungen!), einen desto größeren „Gammawert“ besitzt sie, aber desto kleiner ist auch ihr Belichtungsspielraum. Beispiel: Agfa Autolith-Platte.

Durch die spektrale Verteilung ihrer Empfindlichkeit. Man unterscheidet: Nicht sensibilisierte Schichten (empfindlich von etwa

4800 bis 1900 Å), wie z. B. Diapositivplatten, manche Reproduktionsplatten; „orthochromatische“ Schichten (5600 bis 2000 Å mit einem Minimum um 5000 Å, der „Grünlücke“). Beispiele: Perutz Persenso, Agfa Isochrom. „Orthopanchromatische“ Schichten (6400 bis 2200 Å), wie Perutz Peromnia, Perchromo B und „Hyperpanchromatische“ Schichten (7000 bis 2300 Å), wie Agfa Isopan ISS.

Endlich sind die Schichten charakterisiert durch die Größe der Bromsilberkriställchen und durch ihr Auflösungsvermögen. Es ist noch nicht gelungen, sehr feinkörnige Schichten von höchster Empfindlichkeit herzustellen. Das Auflösungsvermögen der Schicht (wie viele Striche pro mm werden getrennt) wird begrenzt wesentlich durch Diffusion des Lichtes in der Schicht (Diffusionslichthof). Man vergrößert es in den „Dünnschichtfilmen“ durch Verringerung der Schichtdicke von etwa 20 auf etwa 10 μ.

Eine mäßig empfindliche panchromatische Handelsplatte von sehr hohem Auflösungsvermögen ist die „Meßplatte“ von Perutz.

b) Platten für spezielle Zwecke.

α) „Spektralplatten“

Nachdem schon seit einigen Jahren die Kodak-Co. Emulsionen für die besonderen Anforderungen des Physikers und Astronomen herstellte [1]), kann man neuerdings ähnliche Spezialplatten von der Agfa beziehen [2]). Es sind dies die in der folgenden Tabelle mit * bezeichneten Spektralplatten.

Platte	$\frac{DIN}{10}$	γ	„Blau“ 5000	„Grün“ 5450	„Gelb“ 5750	„Gelbrot“ 6000	„Rot“ 6800	„Total“ 7400
Extrahart . .	5–10	2,6	*	*	*	*	*	*
Hart	11–15	2,0	*	*	*	*	*	*
Rapid.	16–17	0,8	*	*	*	*	*	*
Ultrarapid. .	18	?	*	—	—	—	—	—

Die Zahlen unter den Farbenangaben bedeuten die langwellige Grenze in Å. Die Platten „Spektral Grün“ zeichnen sich vor den Handelsplatten durch das Fehlen der Grünlücke aus.

[1]) Mees, C. E. K., Journ. Opt. Soc. Amer. **21**, 753, 1931; **22**, 1, 1932; **23**, 229, 1933; **25**, 80, 1935.

[2]) Weichmann, H. K., Veröff. Agfa **4**, 83, 1935.

β) „Infrarotplatten"

Die Agfa stellt eine Serie von Platten her, die jeweils für ein kleines Wellenlängengebiet im dunklen Rot und im benachbarten Ultrarot empfindlich sind. Diese Platten werden bezeichnet durch die in mμ gemessene Wellenlänge, bei der das Sensibilisierungsmaximum liegt: 700, 750, 800, 850, 950, 1050. Die ersten vier sind in zwei Emulsionsarten lieferbar, „Rapid" und „Hart", die beiden letztgenannten nur in „Hart". Nach den langen Wellenlängen hin nehmen Empfindlichkeit und Haltbarkeit der Platten ab, doch lassen sich hier nicht gut Zahlenwerte angeben, da die Eigenschaften ständig verbessert werden. Als qualitative Angabe sei bemerkt, daß man (im Jahre 1937) von einer „offenen Landschaft" mit der Platte „800 Hart" Momentaufnahmen machen konnte, hingegen mit der Platte „1050 Hart" etwa 1400mal solange belichten mußte. –

Außer von der Agfa werden Ultrarotplatten fabriziert von der Eastman Kodak Co. (die als erste — 1925 — einen typischen Ultrarotsensibilisator, das Neocyanin verwendete), von Gevaert (Belgien), Ilford (England) und Guilleminot (Frankreich).

γ) „Schumannplatten"

Die kurzwellige Grenze der Empfindlichkeit der üblichen photographischen Schichten bei etwa 2000 Å rührt, wie V. Schumann [1]) gezeigt hat, lediglich von ihrem Gelatinegehalt her. Platten, deren Schicht nur Spuren von Gelatine enthält („Schumannplatten"), sind von 3000 Å bis 20 Å empfindlich. Sie haben sich ferner bewährt zur Photographie der Auftreffstelle von Kanalstrahlen (z. B. bei den Arbeiten von Aston) und von Elektronen bis herab zu 5 e-Volt [2]).

Bezugsquelle: Firmenverzeichnis Nr. 1.

Eine einfache Vorschrift zur Herstellung von Schumannplatten [3]) siehe „Wissenschaftl. Photogr.", S. 55.

c) Einige Kunstgriffe. Die meisten Handelsplatten haben eine Schutzschicht gegen den „Reflexionslichthof", der durch Reflexion

---

[1]) Schumann, V., Ann. d. Phys. **5**, 349, 1901.

[2]) Söderman, M., ZS. f. Phys. **67**, 790, 1931; Meier, O., Diss. Aachen 1934. (Über 25 e-Volt waren Agfa „Kontrastplatten" geeignet.)

[3]) Lüppo-Cramer, H., Photogr. Industr. **35**, 1109, 1937; **36**, 29, 1938.

des Lichtes an der Rückseite der Platte entsteht. Um Platten, wie die unter α) und β) angegebenen, die in der Fabrik nicht geschützt werden, lichthoffrei zu machen, färbt man die S. 42 beschriebene „Rollermasse“ mit „Nigrosin, wasserlöslich“ schwarz, bestreicht ein Blatt Papier damit und quetscht dieses mit der klebrigen Schicht auf die Glasseite der Platte.

Das in zahlreichen älteren Arbeiten beschriebene Sensibilisieren von Platten durch Baden in Farbstofflösungen, z. B. Pinacyanol, erübrigt sich jetzt meist, nachdem die Industrie über bessere aber geheim gehaltene Sensibilisatoren verfügt. Vorschriften zur Herstellung von „Badeplatten“ nach den älteren Rezepten, die immerhin für physikalische Arbeiten wertvoll sein können, sind in der „Wissenschaftl. Photogr.“, S. 51, gegeben.

Für das kurzwellige Licht und auch für langsame Kathodenstrahlen kann man gewöhnliche Platten dadurch „sensibilisieren“, daß man sie mit einer Substanz bestreicht, die unter dem Einfluß dieser Strahlen fluoresziert. Das Fluoreszenzlicht bewirkt dann die Schwärzung der Platte. Es sollen sich dazu eignen: Eine Mischung von Benzol mit einer Spur Paraffinöl, Ramsayfett in Äther gelöst. — Nach neueren Untersuchungen [1]) erhält man die besten Resultate mit einer 5 %igen alkoholischen Lösung von salicylsaurem Natrium, das von 3000 bis 700 Å wirksam ist und einen verhältnismäßig großen Gammawert verursacht. Wenn auch diese Sensibilisierung, die sehr leicht auszuführen ist, einen erheblichen Gewinn an Empfindlichkeit bringt, so sind doch die gelatinearmen Schumannplatten vorzuziehen.

Platten mit fluoreszierendem Überzug sind bei der Agfa erhältlich.

3. Die Belichtung

Es möge darauf hingewiesen werden, daß die Platten gegen Änderungen der Expositionszeit lange nicht so empfindlich sind, wie der Neuling glaubt. Zwei Platten, von denen die eine die Hälfte, die andere das Doppelte der günstigsten Expositionszeit belichtet wurden, lassen sich unschwer so entwickeln, daß man keinen Unterschied bemerkt. (Stimmt man den Entwickler vorher

---

[1]) Herman-Montagne, R., Herman, L. und Ricard, R., C. R. Acad. Sci. Paris 202, 1668, 1936; Herman-Montagne, R., Journ. Physique Radium 7, 94, 1936.

entsprechend ab, so lassen sich sogar Belichtungsfehler von 0,1 : 1000 zur Not noch ausgleichen!) Daher ist es ganz zwecklos, eine Aufnahme etwa 3 Stunden zu belichten, die zweite 1 Stunde länger. Hat man genügende Lichtstärke zur Verfügung und sucht (z. B. bei Spektralaufnahmen) die günstigste Belichtungszeit, so ändere man die Expositionszeiten im Verhältnis 1 : 3 : 10 : 30 . . . Kommen auf einer Aufnahme nach langer Entwicklung gerade nur die stärksten Linien, so belichte man beim zweiten Versuch, wenn möglich, mindestens zehnmal so lange.
Um grüne Spektrallinien, die mit ausgeruhtem Auge im Okular (ohne Mattscheibe) noch leidlich sichtbar sind, zu photographieren, muß man 10 bis 20 Stunden exponieren.

4. Abkürzung der Belichtungszeit

Bei der Untersuchung schwacher Leuchterscheinungen ergeben sich häufig Belichtungszeiten von vielen Stunden oder Tagen, und unter Umständen muß alles getan werden, um die Platte für solche Aufnahmen empfindlicher zu machen.

a) Die „Vorbelichtung“. Prinzip [1]: Vor, während oder nach der eigentlichen Exposition wird die Platte durch gleichmäßige Belichtung so stark geschleiert, daß der durch die Exposition bewirkte Schwärzungszuwachs in den geradlinigen, steiler ansteigenden Teil der Schwärzungskurve gerückt wird. Man kann dadurch die Expositionszeit etwa auf die Hälfte abkürzen [2].

b) Hypersensibilisierung durch Quecksilberdampf [3]. Man hängt Platten oder Filme in einem lichtdichten Kasten 30 bis 40 Stunden über einer Schale mit Quecksilber oder -Amalgam auf oder man verwahrt das verpackte Material (Platten in der Schachtel, Filme in den Originalpatronen, aber nach Entfernung der Aluminiumfolie) 1 Woche lang in einem Glasgefäß, das etwas Quecksilber

---

[1]) Wood, R. W., Phys. ZS. 9, 355, 1908. — Ausführlich in „Wissenschaftl. Photogr.“.

[2]) Haidrich, K. (Photogr. Korresp. 74, 167, 1938) belichtet eine mit Pinacyanol (langwellige Grenze der Empfindlichkeit bei etwa 7000 Å) sensibilisierte Halbton-Reproduktionsplatte mit Licht von etwa 7800 Å vor und erreicht dadurch eine Abkürzung der Expositionszeit auf $^1/_6$.

[3]) Dersch, F. und Dürr, H. H., Journ. Soc. Pict. Mot. Eng. 28, 178, 1937; Veröff. Agfa 5, 150, 1937.

enthält. Empfindlichkeitsgewinn 75 bis 100 %, bei Einwirkung des Dampfes nach der Exposition 100 bis 150 %.

c) **Hypersensibilisierung durch Bäder.** Anschließend beschleunigte Trocknung: Methylalkoholbad, Ventilator.

α) Entfernung des überschüssigen Bromsalzes durch einstündiges Wässern der Platten in fließendem Leitungswasser [1]).

β) Vorschrift der Agfa: Stammlösung: 100 cm³ dest. Wasser; 8 cm³ Ammoniaklösung; 3 g wasserfreies Natriumkarbonat. Badeflüssigkeit: Auf 200 cm³ Wasser 5—10 cm³ Stammlösung.

γ) Vorschrift von Schmieschek[2]): Badeflüssigkeit: 500 cm³ dest. Wasser, 5—10 cm³ Ammoniaklösung, 0,09 g Silberwolframat [3]).

Der Empfindlichkeitszuwachs kann (bei geeigneten Emulsionen!) bei α) das Fünffache, bei β) das Zehnfache, bei γ) das Zwanzigfache der normalen Empfindlichkeit betragen. Er zeigt sich hauptsächlich in dem Spektralgebiet, für das die Platte sensibilisiert ist. Die Platten halten sich nur 1 bis 3 Tage und arbeiten wesentlich härter als normal.

5. Entwicklerrezepte

Es scheint nicht ganz überflüssig, auf den Unterschied zwischen dem hier (als Konservierungsmittel) gebrauchten Natriumsulfit (Na_2SO_3) und dem Natriumsulfat (Na_2SO_4) hinzuweisen. Das Natriumsulfit ist in zwei Arten im Handel: „Siccum" oder „wasserfrei" (Na_2SO_3) als weißes Pulver, und „kristallisiert" ($Na_2SO_3 + 7\,H_2O$), kleine, farblose Kristalle. Da die 7 Moleküle Kristallwasser ebensoviel wiegen, wie das Molekül Na_2SO_3, muß man, wenn in einem Entwicklerrezept eine bestimmte Menge „wasserfreies" Salz vorgeschrieben ist, diese Menge verdoppeln, falls man „kristallisiertes" Salz verwenden will. Beide Sorten oxydieren sich an der Luft allmählich zu Natriumsulfat (Na_2SO_4),

---

[1]) Lüppo-Cramer, Photogr. Korresp. **70**, 129, 1934.
[2]) Schmieschek, U., Jahrb. 1937 d. D. Luftfahrtforschung III, S. 90. Vgl. auch Mecke, R. und Zobel, A., ZS. f. wiss. Photogr. **36**, 59, 1937.
[3]) Herstellung von Silberwolframat: Beim Zusammengießen von nahe konzentrierten Lösungen von Silbernitrat und Natriumwolframat entsteht ein weißer Niederschlag von Silberwolframat, der auf dem Filter gewaschen und getrocknet wird. Silberwolframat ist in Wasser schwer, in Ammoniaklösung leicht löslich.

und müssen deshalb in gut verschlossenen Glasgefäßen aufbewahrt werden. Das wasserfreie Salz ist haltbarer als das kristallisierte und wird deshalb (und weil es sich beim Auflösen nicht abkühlt und daher leichter löst) von vielen dem kristallisierten Salz vorgezogen. Andererseits sieht man dem kristallisierten Salz ohne weiteres an, ob es merklich oxydiert ist, weil es dabei zu weißem Pulver zerfällt. Man entferne also derartiges weißes Pulver, wenn man Entwickler mit kristallisiertem Salz ansetzen will.

a) Wohl am häufigsten angewandt wird der Metol-Hydrochinon-Entwickler. Eine bewährte Vorschrift ist:

1 Liter dest. Wasser,	wenn gelöst, zufügen:
5 g Metol [1]),	120 g Natriumsulfit, krist.,
8 g Hydrochinon,	75 g Kaliumcarbonat,
	3 g Bromkalium.

Zum Gebrauch 1 Teil mit 2 bis 5 Teilen Wasser verdünnen.
Das Hydrochinon kann man durch das weniger temperaturempfindliche Adurol (Monochlor-Hydrochinon) ersetzen.

b) Vorzüglich geeignet für Spektralaufnahmen, Landschaften usw. ist der gut haltbare Glycinbrei-Entwickler: In einem Becherglas (300 cm³) oder einer Porzellanschale werden 100 cm³ Wasser erhitzt und darin 63 g Natriumsulfit kristallisiert gelöst. Weiter gibt man 25 g Glycin und hierauf vorsichtig 125 g Kaliumcarbonat zu. Die Flüssigkeit schäumt auf (Kohlensäure-Entwicklung). Beim Erkalten kristallisieren die Salze aus, es resultiert ein dünner Brei (180 cm³), der in eine Flasche gefüllt wird. Zum Gebrauch aufschütteln und auf 100 cm³ Wasser 3 bis 6 cm³ zusetzen. — Spuren von Fixiersalz machen gelbe Flecken.

c) Sehr hart und klar arbeitender Entwickler, mit phototechnischen Platten besonders zur Reproduktion von Strichzeichnungen zu empfehlen:

Lösung A	*Lösung B*
1000 cm³ dest. Wasser	1000 cm³ dest. Wasser
10 g Hydrochinon	20 g Ätzkali (in Stangen)
2 g Bromkali	
10 g Kaliummetabisulfit	

---

[1]) „Metol" ist p-Monomethyl-Amido-Phenolsulfat. Die gleiche Substanz ist bei Merck (Darmstadt) unter der Bezeichnung „Photo-Rex" käuflich.

Zur Entwicklung von 9 × 12-Platten empfiehlt es sich, in einem kleinen Becherglas 30 cm³ Lösung A abzumessen, diese in die Entwicklerschale gießen, das Glas mit derselben Menge Lösung B gefüllt bereit stellen und diese kurz vor der Entwicklung zuzugeben. Für jede Platte neuen Entwickler! 1½ bis 3 Minuten entwickeln, dann Platte gut abspülen, damit nicht zuviel KOH in das Fixierbad verschleppt wird.

d) „Maximum-Energie-Entwickler" des Kodaklaboratoriums, zitiert nach Staude[1]): Man löst in etwa 200 cm³ dest. Wasser:

12 cm³	Methylalkohol	Für sehr kurze Entwicklungszeiten (1 Minute) kann man noch 2,5 g Ätznatron zu der angegebenen Menge hinzufügen.
3,5 g	Metol	
13,1 g	Natriumsulfit, wasserfrei	
3,5 g	Hydrochinon	
2,2 g	Ätznatron	
2,2 g	Bromkali	

und verdünnt mit Wasser auf 250 cm³.

Der Entwickler hat sich in unserem Institut bei unterbelichteten Spektralaufnahmen gut bewährt.

24

Um möglichst viel aus einer unterbelichteten Platte herauszuholen, empfiehlt Haidrich[2]) einen Zusatz von Thallonitrat zum Entwickler. Haidrich erhielt damit bei der Astroplatte der Agfa eine Empfindlichkeitssteigerung auf das 2,5fache, bei der Braunsiegelplatte von Perutz sogar auf das Fünffache. Man setzt dem Entwickler, der kein Bromkali enthalten darf, einige Tropfen einer 5 %igen Lösung von Thallonitrat ($TlNO_3$) zu.

Feinkornentwickler mit Paraphenylendiamin.

e) Rezept von Lumière und Seyewetz:

5 g	Paraphenylendiamin[3])	gelöst in 500 cm³ dest. Wasser
30 g	Natriumsulfit, wasserfrei	
1 g	dreibasisches Natriumphosphat	
0,5 g	Natriumbromid	

---

[1]) Stenger, E. und Staude, H., „Fortschritte der Photographie", Leipzig 1938.

[2]) Haidrich, K., Photogr. Korresp. 73, 129, 1937.

[3]) Paraphenylendiamin (freie Base, nicht das salzsaure Salz) ist bei Merck (Darmstadt) erhältlich (Nr. 7246).

f) Rezept von Sease[1]): Man löst in 1 Liter dest. Wasser

10 g Paraphenylendiamin,
6—12 g Glycin,
90 g Natriumsulfit, wasserfrei

und entwickelt bei 18° C 15 Minuten.

Neuerdings ist vorgeschlagen worden, das Paraphenylendiamin durch Orthophenylendiamin zu ersetzen, das keine Flecken macht und weniger zu Schleierbildung neigt, oder andere Derivate zu verwenden. Solche sind z. B. in dem „Atomal"-Entwickler der Agfa enthalten. Leider sind diese Substanzen nicht veröffentlicht.

Bei Verwendung dieser beiden Feinkornentwickler soll man fünfmal so lange belichten als bei Benutzung eines gewöhnlichen Rapidentwicklers.

Weitere Vorschriften z. B. die neuerdings sehr empfohlenen von Champlin in dem erwähnten Artikel von Staude.

6. Desensibilisatoren. Wie Lüppo-Cramer gefunden hat, setzen gewisse Farbstoffe die Empfindlichkeit der (vorher belichteten) Platte soweit herab daß man sie z. B. bei gelbem Licht entwickeln kann. „Die Platte wird narkotisiert."

Es sind zur Zeit drei solche Farbstoffe im Handel: Das Pinakryptolgrün, das Pinakryptolgelb und das Pinaweiß.

Zur Verwendung von Pinakryptolgrün stellt man zunächst eine Vorratslösung V 1 : 500 her. Diese schwärzlich-grüne Lösung soll filtriert werden! — Will man die Platte (bzw. den Film) vor der Entwicklung desensibilisieren, so verdünnt man die Lösung V im Verhältnis 1 : 25 mit Wasser und badet die Platte in dieser Gebrauchslösung mindestens 2 Minuten lang. — Als Zusatz zum Entwickler nimmt man 2 bis 5 cm^3 Vorratslösung für 100 cm^3 Entwickler. Leider flockt der Farbstoff in manchen Entwicklern aus. Geeignet sind Glycin, Rodinal und alle Entwickler, die weniger als 1 g Hydrochinon pro Liter enthalten.

Pinakryptolgelb desensibilisiert noch etwas stärker und seine Lösung ist nur schwach gelb gefärbt. Es ist deshalb besonders für Farbplatten geeignet. Leider wird es durch das Natriumsulfit des Entwicklers zerstört und kann deshalb nur als Vorbad ver-

---

[1]) Sease, V. B., Brit. Journ. Photogr. 82, 425, 1935.

wendet werden. Da die Vorratslösung leicht schimmelt, setzt man zweckmäßig ein Konservierungsmittel zu. Bewährt hat sich folgende Vorschrift: In 1 Liter heißen Wassers wird 0,5 g Pinakryptolgelb gelöst. Nach dem Abkühlen setzt man 1 bis 1,5 cm^3 70 %ige Essigsäure und 20 cm^3 Formalinlösung zu.

Um die (geringfügige) Abnahme der Wirkung dieses Vorbades während der Entwicklung zu kompensieren, kann man den Entwickler nach der oben angegebenen Vorschrift mit Pinakryptolgrün versetzen. Der Verfasser findet diese Hellichtentwicklung besonders angenehm bei der Schalenentwicklung von Rollfilmen, denn die verschieden kräftig belichteten Aufnahmen eines Films erfordern eine wesentlich schärfere Kontrolle als eine einzelne Platte, und diese Beaufsichtigung läßt sich bei der guten Beleuchtung natürlich viel besser durchführen. Dazu kommt noch folgender Vorzug: Wenn eine Platte sehr häufig aus dem Entwickler herausgenommen wird, so hat sie die Tendenz zu schleiern: „Luftschleier", der besonders bei Hydrochinon auftritt. Desensibilisatoren halten nun diesen Luftschleier erheblich zurück, und das ist gerade bei einem Film, der nur durch den Entwickler durchgezogen wird, besonders wichtig.

Über das neue „Pinaweiß" habe ich noch keine eigenen Erfahrungen. Es kommt in Form von weißen Tabletten in den Handel, ist leicht löslich und soll als Zusatz zum Entwickler verwendet werden, mit dem es sich besser verträgt wie Pinagrün und Pinagelb.

7. Das Fixieren

Wenn die Platte hinreichend entwickelt ist, wird sie mindestens 10 Sekunden lang gründlich unter dem Wasserstrahl abgewaschen und dann in das Fixierbad gebracht, in dem sich das nichtreduzierte Bromsilber löst.

„Saures Fixierbad" stellt man her durch Auflösen von 1 kg Natriumthiosulfat und 0,1 kg Kaliummetabisulfit ($K_2S_2O_5$) in 5 Liter Wasser. Die Lösung gibt etwas gasförmige schweflige Säure ab, die in der Nähe stehende Instrumente beschädigen kann. Um die Gasabgabe einzuschränken, soll man das Fixierbad nicht in flachen Schalen stehenlassen, sondern die sehr praktischen Nutentröge benutzen, in die eine größere Anzahl Platten vertikal

eingeschoben werden kann. Verschließt man den Trog mit einem Deckel aus paraffiniertem Holz, so kann man das Fixierbad sehr lange darin aufbewahren. Schnellfixiersalz ist Ammoniumthiosulfat. Es fixiert etwa doppelt so schnell wie das Natrium salz, erschöpft sich aber rascher als dieses.

Die Platten sollen nicht kürzer als 10 Minuten und nicht länger als 1 Stunde im Fixierbad bleiben; mindestens doppelt so lange als sie brauchen, um klar zu werden, da sich zuerst ein schwer lösliches Doppelsalz bildet, das sich im Laufe der Zeit zu Schwefelsilber umsetzen würde.

In 1 Liter angesäuerter Fixiernatronlösung soll man höchstens 70 Platten 9×12 fixieren.

Es sei nachdrücklich betont, daß das Fixiernatron als gefährliches Gift für fertige Negative betrachtet werden muß. Die geringsten Spuren in der Schicht bewirken, daß das Negativ im Laufe der Zeit gelb wird und verblaßt.

1 Liter gebrauchtes Fixierbad enthält mehrere Gramm Silber und es ist erwünscht, dieses zurückzugewinnen. Unter zahlreichen vorgeschlagenen Verfahren scheint besonders zweckmäßig die Verwendung des Produktes „Agfargan“ [1]). Dieses ist ein Pulver, das in das Fixierbad geschüttet wird und etwa 95 %igen Silberschlamm liefert. Die Kosten für die Abscheidung von 1 kg Silber (das gegenwärtig etwa 38 *RM* kostet) belaufen sich hierbei auf etwa 6 *RM*.

8. Das Wässern und Trocknen

Da die Schicht die letzten Spuren von Fixiernatron nur sehr langsam abgibt, muß das Waschen der Platten lange fortgesetzt werden, mindestens eine halbe Stunde in rasch fließendem Wasser, besser 1 bis 2 Stunden. Der Wasserstrahl darf nicht aus einiger Höhe auf die Schicht fallen, da er sie sonst mechanisch zerstören würde. Nach dem Wässern wird die Platte unter den Wasserstrahl gehalten und die Schichtseite mit einem Wattebausch oder einfacher mit dem Handballen gründlich abgerieben, um sie von sedimentierten Teilchen zu säubern, die sich nach dem Trocknen nur schwer entfernen lassen würden. Auch die Glasseite wird ebenso, nur mit stärkerem Druck, geputzt. Wertvolle Platten

[1]) Arens, H. und Eggert, J., Veröff. Agfa 5, 290, 1937.

(z. B. solche, die photometriert werden sollen) spült man zuletzt noch mit destilliertem Wasser ab.

Das Trocknen des fertigen Negativs birgt unter Umständen noch Gefahren, die einer wertvollen Aufnahme verderblich werden können. Da die Schicht schon bei 35 bis 40° schmilzt, darf man die Platten nie an einen Ort stellen, wo sie von der wandernden Sonne erreicht oder von einer unvermutet in Gang gesetzten Dampfheizung beschädigt werden können. Ferner: Wenn die Platten bei schwülem Wetter nur sehr langsam trocknen, siedeln sich nicht selten Pilze auf der Schicht an, deren Wachstum kleine, klare runde Flecken mit dunklerem Rand erzeugt. Endlich darf man nie die Trocknung einer zur Hälfte noch feuchten Platte durch irgendwelche Eingriffe erheblich beschleunigen, da sonst das letzte Stück dunkler wird als das langsam getrocknete („Trockenzonen").

Sehr empfehlenswert ist, die Platten vor einem langsam laufenden Ventilator zu trocknen. Die Verdunstungskälte ist dabei so groß, daß man unter Umständen die Platten sogar auf das Gesims einer Dampfheizung legen darf, ohne daß sich die Schicht bis zum Schmelzen erwärmt; nur muß man zeitweise die Temperatur der Platte durch Befühlen der Glasseite prüfen. Auch die „Fön"-Apparate (S. 29) sind sehr geeignet zum Plattentrocknen. Mit derartigen Hilfsmitteln kann das Trocknen auf wenige Minuten reduziert werden.

Zweitens kann man der Schicht durch Alkohol-(Spiritus-)Bäder das Wasser entziehen. Jedoch entstehen dadurch manchmal Flecken oder Streifen, nicht selten auch eine milchige Trübung, die allerdings wieder verschwindet, wenn man die Platte erneut in Wasser badet. Das Trocknen mit Alkohol ist demnach für wertvolle Platten nicht zu empfehlen. Günstigere Resultate erzielt man mit Methylalkohol („Methanol").

Eine dritte Methode, die Gefahren der Trocknung zu umgehen, ist die Härtung der Schicht mit Formalin. Wenn man das Negativ 5 Minuten in einer 2 %igen Formalinlösung badet, hält die Schicht 40 bis 50° aus, außerdem desinfiziert das Formalin sehr kräftig. Nach dem Baden wird einige Minuten unter einem starken Wasserstrahl gewaschen, dann können die Platten sogar im warmen Luftstrom eines Fönapparates getrocknet werden. Stärkere Formalinlösungen sind zu vermeiden, da sich die allzusehr gehärtete Schicht von der Glasoberfläche loslösen könnte.

Da Formalin das Fixiernatron zersetzt, darf es erst nach dem Auswaschen angewandt werden.

Wenn man die Trocknung zwar beschleunigen, aber doch nicht so forcieren will, daß ein wertvolles Negativ gefährdet sein könnte, verwende man ein kurzes Bad von etwa 50 %igem (Methyl- oder Äthyl-)Alkohol, das ganz ungefährlich ist, gleichfalls kräftig desinfiziert, die Schicht etwas härtet und ihren Wassergehalt wenigstens auf die Hälfte erniedrigt.

9. Abziehen von Plattenschichten

Statt der zeitraubenden Entfernung der Gelatineschicht alter Platten mittels heißen Wassers empfiehlt es sich, die Platten einige Sekunden in eine 1- bis 2 %ige Lösung von Flußsäure zu bringen, in der sich die Schicht als zusammenhängende Haut abziehen läßt. Die Glasplatte wird dann sofort kräftig abgespült, damit ihre Oberfläche nicht matt wird. An Stelle von Flußsäure kann man auch eine wässerige Lösung von Ammoniumfluorid verwenden, die aber weniger energisch wirkt. Will man das Bildhäutchen wieder verwenden, so badet man die Platte vorher mehrere Stunden in einer 5 %igen Formalinlösung, um die Schicht kräftig zu gerben, und trocknet ohne abzuspülen.

10. Zeichnungen nach Photographien

Hat man z. B. von einer Versuchsanordnung eine perspektivische Zeichnung (für Veröffentlichungen) anzufertigen, so kann man sich eines eleganten, in dem „Handfertigkeitspraktikum" von Wehnelt [1]) beschriebenen Verfahrens bedienen. Man photographiert den darzustellenden Gegenstand auf mattglattes Bromsilberpapier (Negativ oder Positiv). Nach dem Trocknen des Bildes zieht man die Linien, deren Wiedergabe gewünscht wird, mit „unverwaschbarer" Ausziehtusche nach und entfernt zuletzt das Silber des Bildes mit dem Farmerschen Blutlaugensalzabschwächer, so daß die Zeichnung allein auf dem weißen Papier übrig bleibt.

10. Von den verschiedenen Möglichkeiten, die geringen Schwärzungen eines unterbelichteten Negativs zu verstärken, sei hier das Verfahren von Wolf und Riehl [2]) erwähnt: Man bringt

---

[1]) Wehnelt, A., „Das Handfertigkeitspraktikum", Braunschweig 1920.

[2]) Wolf, P. M. und Riehl, N., ZS. f. techn. Phys. 18, 89, 1937.

die Schicht in Kontakt mit einem Fluoreszenzschirm, den man dann durch das Negativ hindurch zum Leuchten erregt (etwa mit einer „Analysenquarzlampe" mit „Schwarzfilter"). Die Kontraste werden dadurch verdoppelt. — Man photographiert den leuchtenden Schirm durch das Negativ hindurch auf eine hart arbeitende Platte, z. B. Agfa Kontrastplatte.

11. Genaue Abstandsmessungen darf man bekanntlich nicht auf Papierkopien der Negative vornehmen, weil sich deren Länge mit dem Feuchtigkeitsgehalt der Luft ändert. Für diesen Zweck geeignet ist dagegen das „Correktostat"-Papier der Agfa, dessen Schrumpfung (linear) nur 0,01 % beträgt, gegen 0,3 bis 0,5 % bei gewöhnlichem Kopierpapier [1]).
Hier sei auch auf die Bromsilberregistrierpapiere des Pala-Photowerkes in Heilbronn am Neckar hingewiesen, die mit feinen horizontalen Linien oder mit einem Koordinatennetz bedruckt geliefert werden können.

---

[1]) Rahts, W., Veröff. Agfa **3**, 312, 1933.

X. Zur physikalischen Optik

1. Lichtfilter

Wir wünschen von einem Lichtfilter entweder, daß es das Spektrum in zwei Teile teilt, indem es für den einen klar durchsichtig, für den anderen undurchsichtig ist, oder daß es in einem gewissen Wellenlängengebiet das Licht möglichst vollständig durchläßt, in den benachbarten aber möglichst vollständig absorbiert. Leider zeigen nun die Absorptionskurven fast aller Körperfarben einen recht allmählichen, welligen Verlauf, so daß es im allgemeinen nicht möglich ist, große Selektivität mit hoher Durchlässigkeit zu vereinen. Die Literatur [1]) über das Gebiet der Licht- oder Farbfilter ist sehr umfangreich. Wir verweisen auf die in der Fußnote angegebenen Abhandlungen und greifen aus der großen Zahl der mehr oder minder guten Rezepte nur einige wenige, praktisch wichtige heraus.

a) Im sichtbaren Bereich und im benachbarten Ultraviolett und Ultrarot sind zweifellos am bequemsten zu handhaben die Farbgläser von Schott & Genossen, Jena, deren Absorptionskurven in den Listen 4777 und 5990 g dieser Firma übersichtlich aufgezeichnet sind. Durch Kombination mehrerer Glasplatten lassen sich evtl. verhältnismäßig schmale Bereiche, auch im Ultrarot oder im nahen Ultraviolett, herausfiltern.

---

[1]) Wir erwähnen: Die von Wood, R. W. stammende graphische Darstellung der Absorptionsspektren von 38 Farbstoffen in dem „Physikal.-chem. Taschenbuch“ (Leipzig 1932), S. 369 und in Weigert, F., „Optische Methoden der Chemie“, Leipzig 1927 (S. 52); ebenda Kap. III: „Strahlenfilter“. Neuere Stoffe in der 3. Aufl. von Wood, R. W., „Physical Optics“, New York (Macmillan Co.) 1934, Tafel bei S. 16. Ferner: Hübl, A. v., „Die Lichtfilter“, Halle 1927. Hay, A., Handb. d. wissensch. u. angew. Photographie Wien 1929, Bd. 3, S. 23—28, große Tabelle über 43 Filter; ebenda Bd. 8: Wall, E. J., Herstellung von Gelatinefiltern (S. 135—143); Handb. d. Experimentalphys. v. Wien u. Harms Bd. 21, S. 313; „Wratten Light Filters“, 6th edition, Rochester NY, Eastman Kodak Co., 1924; Schmieschek, U., Jahrb. 1930 d. Deutsch. Versuchsanstalt f. Luftfahrt. Agfa, Filterkatalog; Lifa (Lichtfilterfabrik Augsburg) Filterkatalog.

Die Absorptionskurve der Farbgläser ändert sich etwas mit der Temperatur[1]). Die Durchlässigkeit eines mit einer 200-Watt-Lampe bestrahlten und dadurch erwärmten Filters aus RG 2 verringerte sich durch die Temperaturerhöhung um etwa 30 %[2]).

b) Noch viel größer ist die Variationsmöglichkeit, wenn man **Filter aus organischen Farbstoffen** herstellt, die in fast unerschöpflicher Mannigfaltigkeit im Handel zu haben sind. Als Träger des Farbstoffes verwendet man Gelatinelösung, die man auf Glasplatten eintrocknen läßt. Rezepte von 41 Gelatinefiltern auf Glas wurden von Hodgman[3]) veröffentlicht. Wir geben im folgenden einige davon. Die Glasplatten werden mit Natronlauge und Chromschwefelsäure gereinigt (vgl. S. 31), die Gelatine gewogen, 1 Stunde in kaltem Wasser gewaschen und geknetet. Dann gibt man auf 20 g trockene Gelatine 300 cm³ Wasser, schmilzt bei 40° und filtriert. Diese Lösung „G" wird auf 45° erwärmt, mit dem Farbstoff versetzt und mit einer Pipette auf die nivellierte, vor Staub geschützte Glasplatte gegossen. Zwei solcher Platten a) und b) (Tabelle!) kittet man nach dem Trocknen mit Kanadabalsam aufeinander (S. 185).

Wenn man der Gelatinelösung Zucker zusetzt (ebensoviel wie Gelatine) haftet sie noch besser am Glas. — Zum Desinfizieren der (leicht schimmelnden) Gelatinelösung eignet sich Thymol: ein Stückchen des campherähnlichen Stoffes in die Lösung werfen. — Als „Unterguß" ist „Chromgelatine" geeignet: zu 100 cm³ 1 %ige Gelatinelösung gibt man 5 cm³ einer 5 %igen Chromalaunlösung.

In nebenstehender Tabelle ist angegeben: In Spalte 1 der Wellenlängenbereich (Å), für den das Filter durchsichtig ist, in Spalte 2 der benutzte Farbstoff, in 3 die Konzentration der wässerigen Farblösung. In Spalte 4, wie viele Kubikzentimeter der Farblösung 3 mit 100 Teilen von „G" gemischt, und in Spalte 5, wie viele Kubikzentimeter dieser Mischung auf 1 qdm der Platte gegossen werden.

Die Herstellung guter Filter erfordert jedoch immerhin gewisse Kenntnisse über die speziellen Eigenschaften der Farbstoffe und

[1]) Meyer, S., Glastechn. Ber. **14**, 305, 1936.
[2]) Weber, K., ZS. f. wiss. Photogr. **35**, 193, 1936.
[3]) Hodgman, Ch. D., Phys. Rev. **17**, 246, 1921.

			3	4	
6500 bis 5900	a)	Naphtholgrün	0,5%	20	12,5
		Orange G	1,0	50	
	b)	Erythrosin	0,5	94	12,5
6200 „ 4800	a)	Naphtholgrün	0,5	6	9,4
		Brillantgrün	0,5	3	
	b)	Pikrinsäure	0,5	94	12,5
6300 „ 4700	a)	Naphtholgelb, gesätt. Lösung	—	50	12,5
	b)	Naphtholgelb, gesätt. Lösung	—	50	12,5
6100 „ 5400	a)	Fluorescein	0,5	94	12,5
	b)	Pikrinsäure	0,5	33	9,4
4900 „ 4000	a)	Nachtblau	1	15	9,4
	b)	Gentianaviolett	0,5	10	9,4
4900 „ 3700	a)	Methylengrün	0,5	15	12,5
	b)	Gentianaviolett	0,5	20	9,4
5000 „ 3900	a)	Pikrinsäure	0,5	5	7,8
	b)	Erythrosin	0,5	20	9,4
5000 „ 3900	a)	Äskulin	1	5	9,4
	b)	Erythrosin	0,5	15	9,4
5000 „ 4600	a)	Rose Bengale	0,5	16	12,5
	b)	Pikrinsäure	0,5	33	7,8
4800 „ 4600	a)	Pikrinsäure	0,5	33	9,4
		Erythrosin	0,5	20	
	b)	Nachtblau	1	20	9,4
4700 „ 4200	a)	Eosin, gelblich	1	14	9,4
	b)	Äskulin	1	15	12,5
4500 „ 3700	a)	Eosin, gelblich	1	14	9,4
	b)	Eosin, gelblich	1	14	9,4

gewisse Kunstgriffe, und E. J. Wall (l. c.) hatte recht, wenn er im allgemeinen davon abriet, sich selbst derartige Farbfilter herzustellen. Jedenfalls sollte man vorher die ausführliche Anleitung von ihm oder von Weigert (l. c.) studieren. — Bei allen Lichtfiltern, bei denen der Farbstoff in der Gelatine gelöst ist, besteht die Gefahr, daß sich die Farbe im Laufe von Monaten oder Jahren verändert, besonders, wenn die Schicht mit Kanadabalsam verkittet ist und wenn das Filter lange Zeit hellem Licht ausgesetzt wird. — Farbige Gelatinefolien werden von der „Lifa-Lichtfilterfabrik Augsburg", von der Firma Wratten & Wainwright, London, der Lichtfilterfabrik Otto Will in München[1]) u. a. in den Handel gebracht. Besonders empfehlenswert ist der „Spektralfiltersatz" der Lifa, mit dem das sichtbare Spektrum in elf aneinandergrenzende Stücke zerlegt wird. Die maximale Durchlässigkeit dieser Filter beträgt allerdings (mit Ausnahme des Rotfilters) nur wenige

[1]) Firmenverzeichnis Nr. 128.

Prozente des auffallenden Lichtes von optimaler Wellenlänge. Im allgemeinen sind derartige Gelatinefilter durchlässig für Ultrarot (0,8 bis 2,5 μ). Dasselbe gilt nach eigenen Erfahrungen auch für „neutralgraue“ Keile [1]).

c) Viel einfacher ist die Herstellung von **Flüssigkeitsfiltern.** Man füllt die farbige Lösung in einen Trog mit planparallelen Wänden. Sehr geeignet hierfür sind die S. 59 erwähnten zylindrischen Glasgefäße mit ebenen, ohne Kittmaterial aufgeschmolzenen Abschlußplatten und einem kleinen Rohransatz zum Einfüllen der Flüssigkeit. — Allgemein bekannt sind die „Leyboldschen Gefäße“. Über diese sowie über die Herstellung von kleinen Küvetten vgl. Weigert, l. c.
Als Filterflüssigkeit eignen sich besonders die gefärbten anorganischen Salze, weil deren Farben vollkommen „lichtecht“ sind.

d) Einer Arbeit von Gibson [2]) entnehmen wir folgende Angaben:

Erste Klasse: Filter mit definierter kurzwelliger Grenze der Durchlässigkeit:

Durchlässig für längere Wellen als

- 1270 Å: Flußspat, dünne Platte,
- 1850 Å: Quarz, dünne Platte,
- 2800 Å: Glimmer, 0,01 mm (bei 2600 Å undurchsichtig),
- 2600 bis 3300 Å: Verschiedene Glassorten,
- 3500 Å: Gesättigte alkoholische Lösung von Salicylsäure (Quarztrog),
- 4100 Å: 3 %ige wässerige Lösung von Äskulin, schwach ammoniakalisch; die Lösung bräunt sich bald durch Oxydation,
- 4100 Å: Gesättigte Lösung von Natriumnitrit [nach Pfund [3])],
- 4400 Å: 5 %ige wässerige Lösung von Ferrocyankalium,

---

[1]) Praktisch frei von diesem Fehler sind Grauschichten, bei denen die Lichtabsorption nicht durch Farbstoffe, sondern durch Graphit- oder Silberteilchen bewirkt wird (Bezugsquelle: Firmenverzeichnis Nr. 131). Jedoch tritt bei solchen Schichten der „Calliereffekt“ auf, d. h. die Schwächung eines parallelen Lichtbündels ist größer als die von diffusem Licht.

[2]) Gibson, K. S., Journ. Opt. Soc. Amer. **13**, 267, 1926.

[3]) Pfund, A. H., Phys. Rev. **42**, 581, 1932.

5000 Å: 6 %ige wässerige Lösung von Kaliumbichromat,
6000 Å: Scheiben aus Kupferoxydulglas oder Goldrubinglas (Dunkelkammerfenster),
(7800) Å: Jod in Schwefelkohlenstoff,
(8200) Å: Hartgummi. Durchlässigkeit einer 0,3 mm dicken Platte bei 1 μ: 37 %, bei 2 μ: 61 %.

Hier sind weiter die verschiedenen „Infrarotfilter" der Agfa [1]) und der Ilford-Co. zu nennen. Diese sowie zahlreiche Farbstoffe untersuchte Merkelbach [2]) in dem Gebiet von 0,6 bis 2,8 μ.

Zweite Klasse: Filter mit definierter langwelliger Grenze der Durchlässigkeit:

Wasser in 1 cm dicker Schicht. Durchlässigkeit bei 1 μ 80 %, von 1,5 μ ab 0 %. (Glycerin, das manchmal zur Füllung der Wasserkammern von Projektionsapparaten empfohlen wird, absorbiert nicht so stark wie Wasser.)
57 g Kupfersulfat (blaue Kristalle mit Kristallwasser) pro Liter, 1 cm Schichtdicke. Die Lösung läßt bei 5800 Å 80 % durch, ist von 7500 Å ab bis zu den längsten Wellen undurchsichtig.
Eine halbgesättigte wässerige Ferrochloridlösung läßt bei 10 mm Schichtdicke (nach Merkelbach, l. c.) durch: Bei 0,7 μ 40 %, bei 0,8 μ 5 %, bei 0,9 μ 0 %. Leider ist die Lösung wenig beständig.
Das Glas BG 19 von Schott & Gen. läßt in 2 mm dicker Schicht bei 0,55 μ 90 %, bei 0,7 μ 50 % und von 0,9 bis 2,8 μ weniger als 5 % der auffallenden Strahlung durch.
Rotes Licht wird stärker als kurzwelliges absorbiert von „Filterblaugrün" der Höchster Farbwerke, auch von Berliner Blau.

e) Filter für besondere Zwecke.

Wenn man nach der S. 71 angegebenen Methode von Pfund ein Zelluloidhäutchen mit Selen bedampft, erhält man eine schwarze Schicht, die, wie Barnes und Bonner [3]) zeigten, in Verbindung mit einer Quarzplatte von 0,7 mm Dicke nur Wellen-

---

[1]) Weichmann, H. K., Veröff. Agfa **4**, 83, 1934.
[2]) Merkelbach, O., Strahlentherapie **57**, 689, 1936.
[3]) Barnes, R. Bowling und Bonner, Lyman G., Journ. Opt. Soc. Amer. **26**, 428, 1936.

längen über 40 μ durchläßt. In der Arbeit sind Absorptionskurven zwischen 1 und 120 μ zu finden.

Goldschichten, deren Durchlässigkeit für grünes Licht 73 % beträgt, schalten nach Kisfaludi[1]) Rot und Ultrarot aus.

Für viele Fälle sind drei von R. W. Wood angegebene Filter sehr brauchbar: In 5 mm dicker Schicht ist eine Lösung von 10 mg Nitrosodimethylanilin auf 100 cm³ Wasser undurchlässig von 5000 bis 3700 Å, durchlässig von 3700 bis 2000 Å. Die Lösung wird bei längerem Stehen undurchsichtig für Ultraviolett, ohne ihre Farbe zu verändern! — Eine dünne Silberschicht ist für das Gebiet von 3400 bis 3100 Å durchlässig. Die Durchlässigkeitskurve ist das Spiegelbild der Reflexionskurve Abb. 44, S. 180. Zur Herstellung dieses Lichtfilters versilbert man eine Quarzplatte (am besten durch Aufdampfen, S. 67), und zwar so stark, daß die Sonne noch als blaue Scheibe durch die Schicht hindurch erkennbar ist, die Umrisse der Häuser gegen den hellen Himmel aber nicht mehr zu sehen sind. Auf die Silberschicht legt man einen Ring aus mit Bleiacetat getränktem Filtrierpapier und auf diesen eine Deckplatte aus Quarz. So halten sich die Filter viele Monate lang.

25

In neuerer Zeit entdeckte Wood[2]), daß die Alkalimetalle in dünnen, aber für sichtbares Licht schon vollkommen undurchsichtigen Schichten kurzwelliges Licht durchlassen. Die Schicht wird durch Aufdestillieren des sehr sorgfältig gereinigten Metalls (im Hochvakuum) auf der mit flüssiger Luft gekühlten Wand eines Quarzkolbens erzeugt; Wood beschreibt die nicht ganz einfache Technik der Herstellung. Über diese Filter haben weiter gearbeitet: O'Bryan[3]) sowie Watson und Hurst[4]). Die (sehr unscharfen) Grenzen der Durchlässigkeit liegen für

Cs	bei	4400	bzw.	(1860 Å)
Rb	„	3600	„	(1860 Å)
K	„	3150	„	1700 Å
Na	„	2100	„	1250 Å

Li bleibt bis 1400 Å undurchsichtig.

Ein Filter, das die spektrale Empfindlichkeit von Selen Photoelementen an die des Auges angleicht, beschrieb

[1]) Kisfaludi, S. P., ZS. f. Instrkde. 49, 414, 1929.
[2]) Wood, R. W., Phys. Rev. 44, 353, 1933.
[3]) O'Bryan, H. M., Rev. Scient. Instr. 6, 328, 1935.
[4]) Watson, W. H. und Hurst' D. G., Canada Journ. Res. (A) 14, 153, 1936.

Dresler[1]). Man verwende die Schottschen Gläser VG 2 und OG 1, je 1 mm dick, und zwar so, daß VG 2 94 % und OG 1 86 % der Öffnung der Zelle bedeckt, wie in Abb. 43 gezeichnet. **26**
Einen verhältnismäßig schmalen Bereich um eine beliebige, vorgegebene Wellenlänge kann man bekanntlich auch mittels des „Christiansenfilters"[2]) aussondern. (Prinzip: In einer Küvette befindet sich Glaspulver in einer Flüssigkeit: Einfallendes,

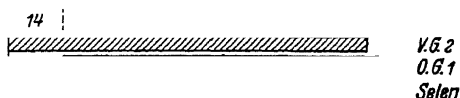



Abb. 43. Lichtfilter für Selen-Photoelemente

schwach konvergentes Licht behält nur bei der Wellenlänge seine Richtung beim Passieren des Troges bei, für die die Brechzahl des Glases gleich der Brechzahl der Flüssigkeit ist.) Ein solches Filter für Wellenlängen von 3 bis 90 μ beschrieben kürzlich Bowling, Barnes und Bonner[3]). — Während man bisher den gewünschten Wellenlängenbereich durch geeignete Temperatur der Küvette einstellte (Thermostat!), verwendet Ahier[4]) die relativ temperaturunempfindliche Lösung der Brom- und Jodmerkurate von Kalium und Barium und wählt den Spektralbereich durch Verdünnung der Lösung.

f) Helles und in einigen Fällen vorzüglich monochromatisches Licht erhält man, wenn man aus dem linienarmen Spektrum der **Quecksilberlampe** durch verhältnismäßig schwache Farbfilter eine Linie bzw. Liniengruppe isoliert. Dabei wird allerdings meistens keine Rücksicht genommen auf die starke infrarote Linie bei 1,014 μ und die schwache orangerote Gruppe 6234/6123/6072 Å, Linien, die ja auch meist nicht stören bzw. durch eine Küvette mit Kupfersulfatlösung leicht absorbiert werden können.

Das gelbe Dublett 5790/69 Å erhält man durch Vorschalten einer 5 cm tiefen Schicht von nahezu gesättigter Kaliumbichromatlösung.

---

[1]) Dresler, A., Licht **3**, 41, 1933.
[2]) Vgl. Geffken, W., Kolloid-ZS. **86**, 55, 1939. — Bezugsquelle: Firmenverzeichnis Nr. 104.
[3]) Barnes, R. Bowling und Bonner, Lyman G., Phys. Rev. **49**, 732, 1936.
[4]) Ahier, G., C. R. **202**, 1775, 1936.

Die grüne Linie 5461 Å. In einem mit Wasser gefüllten Trog von 2 bis 5 cm Schichtdicke löst man unter Kontrolle mit einem Taschenspektroskop soviel Tartrazin (gelbes Pulver) auf, bis die blauen Linien verschwunden sind. Das gelbe Dublett wird beseitigt durch weiteren Zusatz von käuflichem Neodym- (oder Didym-)Nitrat. Die Lösung ist praktisch unbegrenzt haltbar. Das Filter hat sich für spektroskopische und polarimetrische Versuche sowie für Mikrophotographie vorzüglich bewährt. (Die Auslöschung des Gelb wird, wie R. W. Wood gefunden hatte, durch den schmalen, intensiven Absorptionsstreifen von Neodym bewirkt, das zu etwa 22 % in käuflichem Didymsalz vorhanden ist.) Man kann auch Didymglas verwenden, das aber in der erforderlichen Schichtdicke von etwa 2 cm ziemlich teuer ist.

Die Gruppe 4358/4347/(4339) Å. (Schwierigkeiten bereitet die Trennung von der violetten Linie 4046 Å.) Man verrührt 8 g Chininsulfat in 100 cm³ destilliertem Wasser und gibt tropfenweise verdünnte Schwefelsäure zu, bis sich der zuerst vorhandene, dicke weiße Niederschlag plötzlich gelöst hat. In 2 cm tiefer Schicht läßt diese Flüssigkeit, kombiniert mit einem gewöhnlichen (dunklen) Kobaltglas, außer der oben angegebenen Gruppe nur Spuren von der grünen Linie durch. Falls dies stört, setzt man der Lösung noch etwas Rhodamin B (Kahlbaum) zu. Weil sich Chininsulfatlösung bei sehr langen Belichtungszeiten bräunt, empfiehlt Pfund die (S. 174) erwähnte gesättigte Lösung von Natriumnitrit ($NaNO_2$) in 12 mm tiefer Schicht, deren Durchlässigkeit für 4358 Å 65%, für 4047 Å 1% beträgt.

Noch besser für diesen Zweck geeignet ist vielleicht die neuerdings von Sannié und seinen Mitarbeitern[1]) angegebene Kombination einer 6 %igen Lösung von Nitrobenzol in Alkohol mit 0,01 % „Rhodamin 5 G extra", die in 1 cm dicker Schicht 95 % der Linie 4358 durchläßt, die benachbarten Linien dagegen auf 0,1 % schwächt, die allerdings aber etwas lichtempfindlich ist.

Für *die Linie 3125 Å* hat kürzlich Bäcklin[2]) ein Filter angegeben: Eine Lösung von 14 g Nickelsulfat (krist., reinst!) und 10 g Kobaltsulfat (krist., reinst!) auf 100 cm³ destilliertes Wasser läßt in 3 cm tiefer Schicht von der Linie 3342 Å 3,5 %, von 3125 Å dagegen 96 % durch und ist von da bis mindestens 2300 Å durch-

---

[1]) Sannié, Ch., Amy, L. und Poremski, V., C. R. **202**, 1042, 1936.
[2]) Bäcklin, H. L. J., Naturwiss. **21**, 251, 1933.

sichtig. Gibt man zu der Lösung noch 0,45 g wasserfreies, saures Kaliumphosphat (bei 140° zur Gewichtskonstanz getrocknet), das die kurzen Wellenlängen stark absorbiert, so wird schon die Intensität der benachbarten Linie 3023 Å bis auf 0,1% geschwächt, während die hohe Durchlässigkeit für 3125 bestehen bleibt. — Einfacher, aber nicht so gut ist eine versilberte Quarzplatte (vgl. S. 176).

Zur Isolierung der *Linie 2536 Å* läßt sich nach Oldenberg [1]) ein Quarzkolben von 40 mm Durchmesser verwenden, der mit Chlor von etwa 6 Atm. gefüllt ist. 4358 Å wird dadurch noch stark geschwächt, die langwelligen Linien dagegen kaum [2]).

Von einem **Graufilter** erhofft man eine Absorption, die in einem möglichst weiten Bereich unabhängig von der Wellenlänge ist. Begnügt man sich mit dem sichtbaren Gebiet, so kann man verwenden: Raugläser von Schott & Gen. — Absorbierende Flüssigkeiten (Rezepte in der „Wissenschaftl. Photogr.") —, Graufolien der Zeiss-Ikon A.-G., und zwar entweder kornlose oder solche, die Graphit- oder Silberteilchen enthalten, dadurch noch weniger selektiv absorbieren, aber Calliereffekt [3]) zeigen. 27

Für sichtbares und ultraviolettes Licht eignen sich durchscheinende, auf eine Quarzplatte aufgedampfte Metallschichten: Platin, Rhodium [4]), Antimon (4000 bis 2000 Å) [5]).

g) Das **„Bernotar"** [6]) von Zeiss ist zwar nicht ein Farbfilter wie die übrigen vorstehend erwähnten, kann aber immerhin hier angeführt werden. Eine Komplexverbindung von Jod mit Chinin bildet die unter dem Namen Herapathit (schon sehr lange) bekannten Kristalle, welche wesentlich stärker dichroitisch sind als Turmalin. Das auf einen derartigen Kristall auffallende Licht wird in zwei senkrecht zueinander polarisierte Komponenten zerlegt, von denen die eine schon in dünnen Schichten des Kristalls absorbiert wird. Eine dünne Platte aus Herapathit wirkt also wie ein Nicolsches Prisma, hat aber ein wesentlich größeres Gesichtsfeld wie dieses. Ein Bernotar ist nun ein ähnlich wie

---

[1]) Oldenberg, O., ZS. f. Phys. 29, 328, 1924.

[2]) Weitere Filter für die Quecksilberlampe: Maddock, A. J., Journ. scient. instr. 12, 218, 1935.

[3]) Vgl. Fußnote 1, S. 174.

[4]) Auwärter, M., ZS. f. techn. Phys. 18, 69, 1937.

[5]) Langstroth, G. O. und McRae, D. R., Rev. Scient. Instr. 9, 282, 1938.

[6]) Frühere Bezeichnung: „Herotar".

Gelbfilter gefaßter, zwischen zwei Glasplatten gekitteter Einkristall von Herapathit[1]).

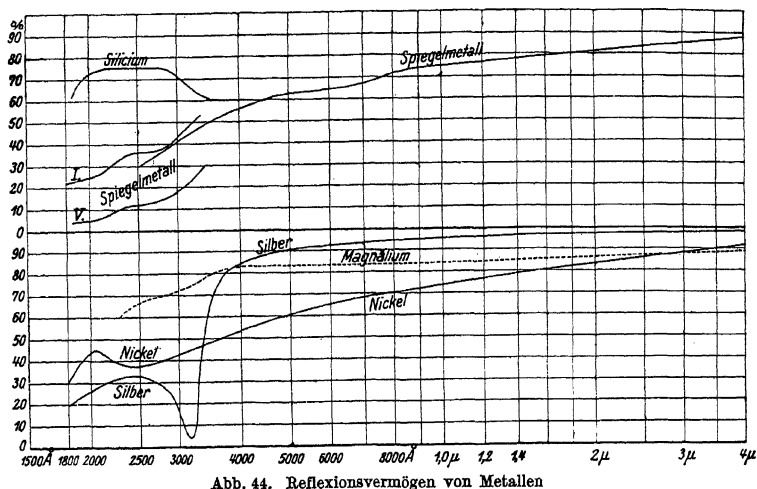



Abb. 44. Reflexionsvermögen von Metallen

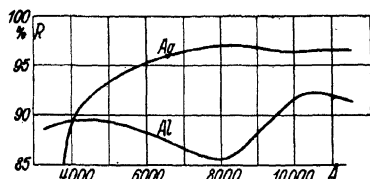



Abb. 45. Reflexionsvermögen von Aluminium und Silber nach Strong

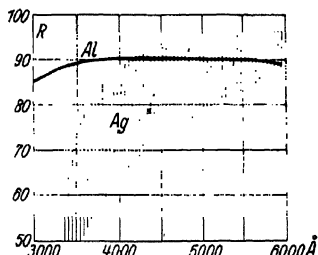



Abb. 46. Reflexionsvermögen von Aluminium und von verschiedenen Silberschichten nach Strong

2. Das Reflexionsvermögen von Metallen

Die Resultate der zahlreichen Experimentaluntersuchungen auf diesem Gebiet[2]) lassen sich qualitativ in folgender Weise charak-

[1]) Ausführliche Beschreibung in „Zeiss-Nachrichten 1934"; vgl. ferner: Haase, M., ZS. f. techn. Phys. 18, 69, 1937.

[2]) Kaysers Handb. d. Spektroskop. 1, 415; Trowbridge, A., Wied. Ann. 65, 595, 1898; Hagen, E. und Rubens, H., Ann. d. Phys. 1, 352, 1900; 8, 1, 1902; 11, 873, 1903; Minor, R. S., ebenda 10, 581, 1903; Meier, W., ebenda 31, 1017, 1910; Hulburt, E. O., Astrophys. Journ. 42, 205, 1915; Gardner, J. C., ebenda 45, 30, 1917; Strong, J., ebenda 83, 401, 1936.

terisieren: Bei großen Wellenlängen von einigen μ reflektieren die meisten Metalle 90 bis fast 100 %. Von 15 μ bis etwa 4000 Å übertrifft Silber alle anderen Reflektoren; im Ultrarot bis herab zu 8500 Å kommt ihm Gold gleich. Sehr geeignet ist im langwelligen Gebiet auch Messing. Die Ergebnisse der in Fußnote 2, S. 180 angeführten Arbeiten sind in den Abb. 44, 45 und 46 graphisch dargestellt.

Man erkennt die starke Abnahme des Reflexionsvermögens aller Metalle mit abnehmender Wellenlänge, sowie die Ausnahmestellung von Silicium. „Spiegelmetall" ist die besonders für Reflexionsgitter benutzte Brashearsche Legierung aus 68% Kupfer + 32% Zinn. „Spiegelmetall I" bezieht sich auf einen frischpolierten Spiegel, „Spiegelmetall V" auf ein altes Gitter. Im Lyman-Gebiet reflektiert nach Pfund [1]) am besten Quarz (13,5 %), am schlechtesten Spiegelmetall (5,2 %).

3. Herstellung schwarzer Oberflächen

a) Für die meisten Zwecke genügt das Berußen über einem kleinen brennenden Stückchen Campher. Das Reflexionsvermögen ist für kleine Wellenlängen (0,8 μ) nur 0,8 % und steigt mit der Wellenlänge. Bei 51 μ beträgt es 1,6 %.

K. Hoffmann [2]) empfiehlt, den als „Ölschwarz" käuflichen Ruß mit Wasserglas zu versetzen (5 g Ölschwarz + 15 cm^3 Alkohol + 10 cm^3 Wasser eingedampft, bis der Alkohol entfernt. Dann 3 cm^3 Natronwasserglas zugegeben.) Die Reflexion ist in einem sehr weiten Wellenlängenbereich 4 bis 5 %. Cartwright [3]) hält den Zusatz von Wasserglas nicht für zweckmäßig. [Vgl. dazu die Literaturangaben in Cl. Schaefer und F. Matossi, Das ultrarote Spektrum, Berlin 1930 (dort S. 9).]

b) Platin- und Silberoberflächen lassen sich elektrolytisch mit einer tiefschwarzen Platinschicht überziehen. Nach Lummer und Kurlbaum verwendet man als Bad eine Lösung von 2 g „Platinchlorid" (Platinchlorid-Chlorwasserstoffsäure, H_2PtCl_6) in 50 cm^3 dest. Wasser, der man 8 cm^3 einer Lösung von 0,4 g Bleiacetat in 200 cm^3 dest. Wasser zusetzt. Man elektrolysiert bei

[1]) Pfund, A. H., Journ. Opt. Soc. Amer. **12**, 467, 1926.
[2]) Hoffmann, K., ZS. f. Phys. **14**, 301, 1923.
[3]) Cartwright, C. H., ZS. f. Phys. **90**, 480, 1934.

Zimmertemperatur einige Minuten mit etwa 30 mA/cm². Das Platinschwarz scheidet sich an der Kathode aus. Die (Platin-) Anode wird nicht angegriffen, deshalb wird die Lösung allmählich verbraucht. Die Reinigung der Flächen vor der Elektrolyse erfolgt am einfachsten dadurch, daß man zunächst die Stromrichtung umkehrt. Der schwarze Niederschlag enthält nach v. Hevesy und Somiya[1]) 1,5 % Blei. Das Reflexionsvermögen ist bei 0,8 μ 0,1 %, bei 51 μ 1,1 %.

Für Strahlungsmessungen soll das Wärmeleitvermögen der schwarzen Schicht möglichst groß sein. Diese Bedingung erfüllt nach Gerlach Platinschwarz besser als Ruß.

c) A. H. Pfund[2]) empfiehlt vor allem das Aufdampfen von Wismut bei einem Gasdruck [Luft, besser Wasserstoff[3])] von ungefähr 0,25 mm Hg. Von 0,5 bis 13 μ ist die Reflexion (und die Durchlässigkeit) unter 1 %. Wismut verdampft so leicht[4]), daß diese Art der Schwärzung selbst für dünne Folien gefahrlos ist. Celluloidhäutchen kann man (nach S. 120) auf Quecksilber legen. Infolge der Feinkörnigkeit der Wismutteilchen glänzt die Oberfläche bei streifender Inzidenz. Will man für alle Reflexionswinkel hohe Absorption erzielen, so berußt man die Oberfläche mit Campher bis sie grau ist und dampft dann Wismut auf.

d) Wenn man eine Platte dem Dampf von verbrennendem Magnesium aussetzt, erhält man eine **weiße Schicht** von Magnesiumoxyd, die nach Taylor[5]) im Sichtbaren 96 %, bei 2967 Å 95 % des auffallenden Lichtes diffus reflektiert.

4. Herstellung von Leuchtschirmen

Literatur über Theorie und Herstellung von Leuchtstoffen: P. Pringsheim, „Fluoreszenz und Phosphoreszenz im Lichte der

---

[1]) Hevesy, G. v. und Somiya, T., ZS. f. phys. Chem. (A) **171**, 41, 1934.
[2]) Pfund, A. H., Phys. Rev. **35**, 1434, 1930; Rev. Scient. Instr. **1**, 397, 1930.
[3]) Jones, R. V. und Rollin, B. V., Journ. Scient. instr. **13**, 130, 1936.
[4]) Die Verdampfungstemperatur soll niedrig sein, damit sich (in Luft) keine Oxyde bilden.
[5]) Taylor, A. H., Journ. Opt. Soc. Amer. **24**, 192, 1934. Die Winkelabhängigkeit des Reflexionsvermögens wurde von Henning, F. und Heuse, W. (ZS. f. Phys. **10**, 111, 1922) gemessen.

neueren Atomtheorie", 2. Aufl., Berlin 1923. — R. Tomaschek in Bd. 4/2 des Handbuches der Arbeitsmethoden der anorganischen Chemie (1926). — H. Rupp, „Die Leuchtmassen und ihre Verwendung", Berlin 1937.

Je nach der Art der Strahlen — ultraviolettes Licht, Röntgen-, Kathoden-, Kanalstrahlen — benutzt man verschiedene Stoffe und verschiedene Klebemittel. Entweder verreibt man die fluoreszierende Substanz mit dem Klebstoff [1]) und streicht diese Paste auf den Schirm. Dann müssen aber die Strahlen dünne Schichten des Klebstoffs durchsetzen und werden unter Umständen stark geschwächt. Oder man bestreicht den Schirm mit dem Klebstoff allein, streut das fluoreszierende Material darauf und klopft zuletzt den nicht festgeklebten Überschuß durch Umkehren des Schirmes ab. Die kleinen Kriställchen sind dann nur an ihrer Unterseite festgeklebt. Zum Aufstreuen dient ein möglichst feinmaschiges Drahtnetz (oder ein Stück poröser Leinwand), das 20 bis 30 cm über den Schirm gehalten wird. Man gibt ziemlich viel des fluoreszierenden Pulvers darauf und siebt es durch leichtes Klopfen auf den Schirm. Als Klebemittel eignen sich alkoholische Schellacklösung, mit Xylol verdünnter Kanadabalsam oder Zaponlack; wenn der Schirm im Vakuum Kathodenstrahlen ausgesetzt wird, kann man Wasserglas verwenden. Da der Überschuß nicht festklebt und gesammelt wird, darf man den Schirm unbedenklich ziemlich dick und ungleichmäßig bestreuen. Die Schirme sind genügend transparent, um das Leuchten auch von der Rückseite beobachten zu können. Eine Weiterentwicklung dieses Verfahrens ist das Einsintern des Kristallpulvers in das auf etwa 500° C erhitzte Glas [2]). Dies hat sich besonders bei Calciumwolframat bewährt, auch bei Zinksilikat; Zinksulfid verträgt das Aufschmelzen nur, wenn die Oxydation verhindert wird. Die Schirme der fabrikmäßig erzeugten Kathodenstrahlröhren werden jetzt wohl allgemein so hergestellt. — Drittens kann man nach Everett [3]) die Substanz (in Alkohol) aufschwemmen und die Suspension, nachdem die gröberen Körner

---

[1]) Wenn man einen Lenardschen „Phosphor" pulverisiert, wird seine Fluoreszenz und Phosphoreszenz stark verringert. Dies muß man besonders bei der Verwendung von Sidotblende (Zinksulfid) beachten.

[2]) Espe, W., DRP. Nr. 447043 vom 13. Juni 1923.

[3]) Thomson, J. J., Phil. Mag. 20, 752, 1910.

zu Boden gesunken sind, in eine Schale gießen, in welcher der Schirm liegt. Wenn sich die feinen Teilchen abgesetzt haben, wird der Alkohol bis auf einen kleinen Rest, den man verdunsten läßt, abgehebert. Diese Schirme haben das feinste Korn und sind nicht so leicht verletzlich, wie man erwarten sollte; sie sind noch robuster, wenn man der Flüssigkeit (Alkohol, Wasser, Xylol) eine Spur von den oben erwähnten Klebemitteln zusetzt. — Ein aus Wasser sedimentierter Niederschlag wird gleichmäßiger, wenn man dem Wasser Ammoniumcarbonat zusetzt [1]), das die elektrische Aufladung der einzelnen Körnchen verhindert (12,5 mal soviel Ammoncarbonat wie Phosphor).

Ein anderes Prinzip hat Steubing [2]) angegeben: Eine unbelichtet ausfixierte photographische Platte mit noch feuchter (gequollener) Schicht wird mit Uranylfluorid-Fluorammonium bestäubt und, solange die Platte noch feucht ist, das Pulver mit dem Finger zerrieben, so daß eine matte, feinkörnige Schicht entsteht. Der besonders auch als Mattscheibe geeignete Schirm fluoresziert im ultravioletten Licht bis zu den kürzesten Wellenlängen und im Röntgengebiet.

Um kräftig nachleuchtende Schirme mit sehr ebener Oberfläche herzustellen, wie man sie z. B. für die phosphorographische Methode benötigt, hat Geiger [3]) folgende Vorschrift angegeben (mit einigen Änderungen nach neueren Versuchen des Verfassers).

Auf eine plane Messing- oder Glasplatte (1) legt man ein Stück Stanniol, streicht es glatt und klebt es an den Rändern fest, so daß es gut plan liegt. Längs der Kanten tropft man einen 1 bis 2 mm hohen Wall aus Paraffin auf. In die entstandene „Schale" gießt man einen Brei aus Zaponlack und Sidotblende. Wenn nach einigen Tagen das Lösungsmittel verdunstet ist, kittet man (mit Syndetikon) auf die Oberfläche der Schicht eine Messingplatte (2), die kleiner als die Unterlagsplatte 1 ist (etwa bis zu dem Wall reicht). Nach dem Erhärten des Kittes schneidet man das Stanniol längs der Kanten mit einem Messer durch und hebt die Platte 2 mit Leuchtschicht und Stanniolüberzug von Platte 1 ab. Zuletzt zieht man das Stanniol (in einzelnen Streifen) von der sehr glatten und ebenen Schicht ab.

---

[1]) Zitiert nach Rupp (Vgl. S. 183).
[2]) Steubing, W., Phys. ZS. **26**, 329, 1925.
[3]) Geiger, L., Ann. d. Phys. **39**, 766, 1912.

Substanzen für ultraviolettes Licht. Sidotblende (Zinksulfid), zu beziehen von der Chininfabrik Buchler & Co., Braunschweig: Sehr hell, grün; nachleuchtend. Chrysen (ein Teerfarbstoff) von Kahlbaum, mit Zaponlack verrieben: Sehr hell, grün; nicht nachleuchtend. Anthracen; Äskulin (Kahlbaum): Weniger hell, tiefblau; nicht nachleuchtend. — Leuchtfarben von de Haën[1]). — Eine mit Gelatineüberzug versehene, in einer Lösung von Fluoresceinnatrium gebadete Glasplatte (grün; nicht nachleuchtend; besonders transparent). — Uranglasplatte. — Mattscheibe nach Steubing.

Rhodamin wird schon von grünem und gelbem Licht zu lebhafter roter Fluoreszenz angeregt (Verwendung für Signale auf Straßen, die mit Natriumlicht beleuchtet sind!). Vorschrift nach Rupp: 0,2 g Rhodamin, 1 Liter Zelluloselack, der 30% Aceton enthält.

Für Kathodenstrahlen verwendet man für visuelle Beobachtung Zinksulfid (lang nachleuchtend) oder Zink-Cadmiumsulfid; für photographische Registrierung die blau leuchtenden Stoffe Calciumwolframat (Abklingdauer 10^{-6} sec) oder Zinksilikat, welches die feinste Körnung gestattet (bis 3 μ). — Messungen über den Wirkungsgrad von 17 verschiedenen Schichten veröffentlichte v. Ardenne[2]).

Für Kanalstrahlen. Besonders geeignet ist das Mineral Willemit ($Zn_2 SiO_4$), von dem ein Stückchen in einer Reibschale zu Pulver zerstoßen wird. Am besten wendet man hier das Verfahren von Everet an.

Für Röntgenstrahlen. Die vorzüglichen, im Handel befindlichen Schirme, z. B. Heyden-Ossal-Schirm, Kahlbaum-Rapidfolie, Astralschirme von C. H. F. Müller, die sehr feinkör „Accuratafolien“ der Agfa und andere mehr.

5. Verkitten von Linsen oder Platten mit Kanadabalsam

Falls man nicht über einwandfreien Kanadabalsam verfügt, der frei von kleinen Fremdkörpern ist, muß man solchen folgendermaßen herstellen: Merck[3]) liefert „Kanadabalsam für optische

---

[1]) Firmenverzeichnis Nr. 95.
[2]) Ardenne, M. v., „Fernsehempfang“. Berlin 1935.
[3]) Firmenverzeichnis Nr. 75.

Zwecke, glashart" (eine Stange in Zinnblechhülse). Einige Stücke des Harzes löst man in soviel Xylol, daß eine honigdicke Flüssigkeit entsteht, die man zur späteren Verwendung in eine Zinntube füllt.

Die Linsen werden auf 30 bis 40^0 erwärmt und auf die obenliegende Fläche der unteren Linse einige dicke Tropfen des Balsams gebracht. Dann setzt man die obere Linse auf, drückt die Luftblasen heraus und erwärmt so stark, daß sich in der Kittschicht (durch Verdampfung des Xylols) Blasen zu bilden beginnen. Der Balsam ist bei dieser Temperatur dünnflüssig und läßt sich bis auf einen kleinen Rest herausquetschen. Man läßt die Linsen unter mäßigem Druck erkalten und entfernt den ausgetretenen Balsam mit dem Messer oder mit Alkohol. Die Pressung soll dann mehrere Tage beibehalten werden, bis die Kittschicht getrocknet ist.

Den in Xylol gelösten, in dicker Schicht bernsteinfarbenen Balsam kann man bleichen, wenn man die Flasche tagelang in die Sonne stellt.

6. Gitterkopien,

die zwar dem Original (Planreflexionsgitter) in der scharfen Definition der Linien erheblich nachstehen, aber lichtstarke und für qualitative Untersuchungen vollkommen ausreichende Spektren geben, stellt man nach der Vorschrift von Wallace [1]) in folgender Weise her:

„In 64 cm³ reinem Amylacetat werden unter gutem Schütteln nach und nach 2,5 g Schießbaumwolle gelöst. Man läßt die Lösung 24 Stunden stehen und gießt sie sodann in feinem Strahle in ein großes, mit Wasser gefülltes Gefäß. Unter stetem Umrühren des Wassers fällt hierbei das Kollodium aus. Nach abermals 24 Stunden sammelt man das in feinen Flocken auf dem Wasser schwimmende Kollodium auf einem Filter und trocknet es. Hierauf wird es abermals in obiger Konzentration gelöst, also 2,5 g des getrockneten Kollodiums in 64 cm³ Amylacetat; die Lösung wird filtriert und ist zum Gebrauch fertig.

Auf das zu kopierende Gitter gießt man, nachdem es gut abgestaubt ist, eine kleine Quantität dieser Flüssigkeit und läßt

---

[1]) Wallace, R. J., Astrophys. Journ. 22, 123, 1905 (zitiert nach dem Referat von Hartmann, J. in der ZS. f. Instrkde. **26**, 92, 1906).

sie recht gleichmäßig über die ganze Gitterfläche fließen. Man verwendet ungefähr einen Tropfen pro Quadratzentimeter. Bei zu dicker Schicht trocknet dieselbe mit rauher Oberfläche ein, bei zu wenig Flüssigkeit wird das Häutchen zu zart; dazwischen liegt innerhalb ziemlich weiter Grenzen die richtige Menge. Sodann wird das Gitter horizontal nivelliert in einen staubfreien Raum für 1 Tag zum Trocknen gestellt. Die Glasplatte, die als Träger der Kopie dienen soll, wird nach sorgfältiger Reinigung auf der einen Seite mit einer sehr dünnen Gelatineschicht überzogen und gleichfalls auf einem Nivellierglas getrocknet.

Nach der Trocknung legt man Gitter und Glasplatte in eine Schale mit destilliertem Wasser. Nach einigen Minuten beginnt das Häutchen sich am Rande loszutrennen. Nun nimmt man das Gitter aus dem Wasser, hilft mit dem Fingernagel etwas nach und zieht schließlich die Schicht parallel zu den Gitterstrichen ab. Dieselbe wird sofort auf die Gelatineschicht der aus dem Wasser genommenen Glasplatte aufgelegt, wobei Luftblasen sorgfältig zu vermeiden sind. Man läßt das überschüssige Wasser abtropfen, drückt den Rand am Glase fest und trocknet. Schließlich kann man den Rand der getrockneten Folie nochmals mit der Gießflüssigkeit überziehen, um das Abspringen vom Glase zu verhüten.

Beim Trocknen zieht sich die Folie etwas zusammen, die Gitterkonstante der Kopie ist daher kleiner als die des Originals. Bringt man die fertige Kopie mit dem Original zur Deckung, so sieht man Schattenbänder, die durch die sich allmählich verschiebenden Koinzidenzen hervorgerufen werden und die bei einer gut gelungenen Kopie geradlinig und äquidistant sein müssen.

Wenn das verwendete Amylacetat vollkommen säurefrei ist, hat die Herstellung der Kopien für das Originalgitter keinerlei Nachteil, sie ist im Gegenteil eines der besten Mittel, um ein schmutzig gewordenes Gitter zu reinigen."

Weber[1]) findet, daß man lichtstärkere Kopien mit einer 2 %igen Lösung von Filmzelluloid in (säurefreiem) Amylacetat erhält. Die Schicht wird 48 Stunden unter einem Glassturz getrocknet und dann abgezogen.

---

[1]) Weber, A. P. in dem „Bericht über den VIII. internationalen Kongreß für wissensch. u. angew. Photographie in Dresden (Leipzig, J. A. Barth, 1932); dort S. 335.

7. Reinigen von Beugungsgittern aus Spiegelmetall

Man verdünnt käufliche Ammoniaklösung mit Wasser auf das doppelte Volumen, gießt die Flüssigkeit auf das Gitter und wischt sie mit einem sehr weichen Leinenlappen in der Richtung der Gitterfurchen ab. Es ist erstaunlich, wieviel Schmutz bei solcher Behandlung eines lange nicht benutzten Gitters entfernt wird, und die Helligkeitssteigerung der Spektren ist dann oft recht erheblich. Glaser [1]) empfiehlt die Reinigung mit kolloidaler Tonerdelösung.

8. Überzug auf Glas für Teilungen

Einen lichtundurchlässigen Überzug auf Glas, in den man feine Striche kratzen kann, erhält man nach Mallock [2]), indem man eine (wässerige?) Lösung von Methylviolett auf der Glasoberfläche eintrocknen läßt. Es gelang so, Teilungen von 10 μ Strichabstand einzuradieren.

9. Intensitätsverhältnis von Quecksilberlinien

Bei optischen Messungen benötigt man manchmal (z. B. zur Eichung eines Thermoelementes) das Verhältnis der Intensitäten der von der Quarzlampe ausgesandten Quecksilberlinien: Die absolute Intensität dieser Linien bei verschiedenen Belastungen der Lampe wurde von Suhrmann gemessen: Vgl. Simon und Suhrmann, Fußnote S. 3 (dort S. 201—204).

---

[1]) Glaser, L. C., ZS. f. techn. Phys. **7**, 31, 1926.
[2]) Mallock, A., Nature **108**, 10, 1921; **109**, 205, 1922.

XI. Herstellung von elektrischen Öfen

Die verschiedenen Arten elektrischer Öfen sind behandelt von C. Müller in Bd. 6 des Handbuches der Physik von Geiger und Scheel, ferner von H. v. Wartenberg in Bd. 9/1 des Handbuches der Experimentalphysik von Wien und Harms. Vgl. auch A. Bräuer und J. Reitstötter, „Elektrische Öfen", Leipzig 1934. „Elektrische Öfen mit Heizkörpern aus Wolfram" beschrieb W. Fehse (Sammlung Vieweg, Heft 90, Braunschweig, 1928). Ferner sei auf die Abhandlung von M. W. Cohn über Wolfram-Zirkonöfen in der Zeitschrift für technische Physik 9, 110, 1928 hingewiesen (dort gute Literaturzusammenstellung über das Gesamtgebiet). Vgl. auch den Bericht des Verfassers („Elektrische Öfen") im Handwörterbuch der Naturwissenschaften, Bd. 3, 1934. Hier beschränken wir uns auf die Beschreibung einiger Typen, die sich im Laboratorium leicht herstellen lassen.

1. Drahtöfen

Für viele Zwecke, z. B. zum Ausheizen von Vakuumröhren, genügt eine Temperatur von maximal 500° C in einem zylindrischen Raum von 20 bis 30 cm Höhe und 4 bis 8 cm Durchmesser. Ein Ofen, der diese Bedingungen erfüllt, wird folgendermaßen hergestellt: Auf ein Messing- oder Eisenrohr wickelt man einige Lagen Asbestpapier [1]), das mit Wasserglaslösung angefeuchtet wurde, auf dieses einen Draht aus Chromnickel. Drahtdurchmesser möglichst nicht unter 0,6 mm, oder Chromnickelband $3 \times 0{,}2$ mm². Die fertige Wicklung wird mit einem Brei aus Wasserglas und Talkum bestrichen und eventuell erhitzt [2]), bis der Kitt erstarrt ist. Die Drahtenden verdrillt man etwa 10 cm weit mit Kupferdraht. Für die äußere Umhüllung eines Ofens sind sehr zweckmäßig die zur Isolation von Dampfleitungen benutzten „Diatomitschalen",

[1]) Verunreinigungen von Pyrit oder Magnesiumchlorid greifen die Heizdrähte an. Abhilfe: Das Asbestpapier erst in verdünnter Salzsäure, dann in heißem Wasser auswaschen.

[2]) Wegen der Elektrolyse des feuchten Materials nicht durch Strom heizen!

ein Erzeugnis aus Kieselgur, ähnlich wie Ziegelsteine aussehend, sehr porös, leicht zu bearbeiten. Man bildet einen Zylinder aus solchen Diatomitschalen, armiert ihn außen durch (mit Wasserglas aufgekittete) Asbestpappe, stellt das Rohr in die Achse und füllt 1 bis 4 cm den weiten Zwischenraum mit der „Hinterfüllmasse" der Sterchamolwerke Dortmund aus, oder einfach mit Kieselgur (das allerdings sehr stäubt). — Zum Ausheizen von Vakuumapparaturen sind sehr praktisch zweiteilige (längs der Achse aufgeschnittene) Öfen, bei denen man als Heizelemente passend dimensionierte Schniewindtgitter [1]) benutzt.

Ähnlich stellt man Öfen für Temperaturen bis 1250° C her. Als Heizdraht eignet sich z. B. Megapyr. Den Durchmesser soll man nicht zu klein nehmen (Oxydation der Oberfläche!), um die Lebensdauer der Heizwicklung nicht zu verringern. Weil andererseits Megapyrdraht ziemlich steif ist, wählt man etwa 1 mm Durchmesser. — Bei Temperaturen über 1000° C muß die Kieselsäure vermieden werden, weil sie elektrolytisch Silicium abspaltet, das z. B. Platinwicklungen durch Legierungsbildung bald zerstört und auch Megapyr angreift; deshalb im Ofengerüst, so weit es glüht, kein Quarzglas, Porzellan, Asbest, Wasserglas, und als Füllmaterial Homamasse [2]) oder reine Tonerde (Aluminiumoxyd). Geeignet sind Rohre aus Pythagorasmasse (vgl. S. 25). Um den Draht auf dem Rohr festzulegen, benutzt man die mit Wasser zu einem Brei angerührte „Isolationsmasse 250" von Haldenwanger, die zu 94% aus Al_2O_3 besteht.

Je höher die Temperatur, desto sorgfältiger muß der Wärmeschutz gestaltet werden: Bei mittelguter Wärmeisolation verbraucht ein Ofen von 100 cm² Heizfläche bei 600° C etwa 80 Watt, bei 2800° C 10 Kilowatt! Ein neues, allerdings nur für verhältnismäßig niedrige Temperaturen verwendbares Isolationsmaterial ist das „Alfol" [3]). Es besteht aus zerknitterter Aluminiumfolie. Die Wärmestrahlung wird hier durch die vielfachen Reflexionen, die Konvektion durch die zahlreichen Lufthohlräume praktisch verhindert, und der Isolierkörper zeichnet sich durch sehr geringes Gewicht und durch Staubfreiheit aus. Man kann etwa den Isolationsraum durch ein Aluminiumrohr in einen inneren und

---

[1]) Firmenverzeichnis Nr. 103.
[2]) Firmenverzeichnis Nr. 119.
[3]) Firmenverzeichnis Nr. 4.

einen äußeren Teil zerlegen, den inneren mit Homamasse und den äußeren mit Alfol füllen [1]).

Einer Arbeit von Schulze [2]) über die für technische Drahtöfen in Betracht kommenden Legierungen entnehmen wir die Abb. 47, in der die spezifischen Widerstände dieser Legierungen, ihr Temperaturkoeffizient und ihre maximalen Arbeitstemperaturen dargestellt sind. Wie Nickelin ist auch Neusilber nur bis etwa 300° C brauchbar.

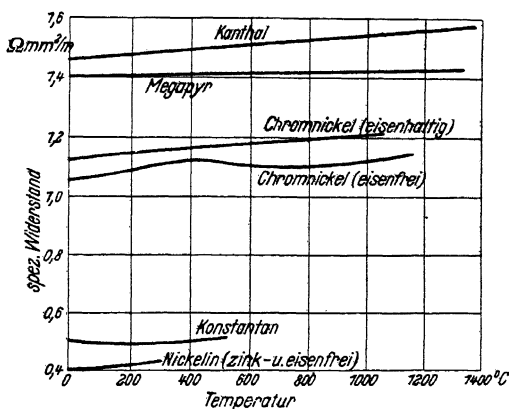



Abb. 47. Widerstandsmaterial für Heizwicklungen

Von den hochschmelzenden Metallen werden Platin (1770° C) und Iridium (2360° C) wegen ihres hohen Preises nur selten verwendet. Molybdän (2600° C) und Wolfram (3400° C) kann man nur im Vakuum oder in sauerstofffreier Atmosphäre verwenden („Formiergas" der Glühlampenfabriken, bestehend aus 75 % N_2 und 25 % H_2; Dampf von Methylalkohol). Kleine Drahtöfen dieser Art wurden von Fehse (l. c.) und von Wartenberg (l. c.) beschrieben.

Je höher die Temperatur des Stromleiters ist, desto mehr spielt die elektrolytische Leitfähigkeit der Werkstoffe, aus denen das

---

[1]) Bezugsquelle für Drahtöfen bis 1000° C (für Schmelztiegel): Firmenverzeichnis Nr. 90.

[2]) Schulze, A., Elektrotechn. ZS. 58, 1361, 1386, 1937.

Gerüst besteht, eine Rolle. In Abb. 48 ist der spezifische Widerstand einiger keramischer Werkstoffe als Funktion der Temperatur aufgetragen.

Soll ein Ofen in einen Hochvakuumbehälter eingebaut werden, so ist ein Mantel aus Kieselgur oder Tonerdepulver unzweckmäßig

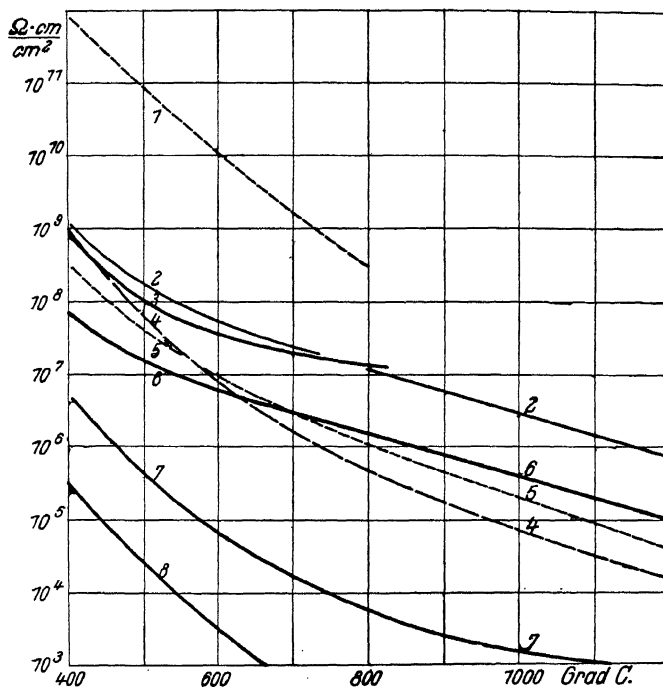



Abb. 48. Elektrischer Widerstand keramischer Massen als Funktion der Temperatur:
1. „Sinterkorund" (nach Gerdien); 2. Berylliumoxyd; 3. Quarzglas; 4. Thoriumoxyd; 5. Spinell; 6. Aluminiumoxydmasse; 7. Zirkonoxyd, ähnlich Pythagorasmasse; 8. Thüringer Glas (Werte von 2, 4, 5, 6 und 7 aus Diplomarbeit von Eyfrig, T. H. München 1937).
(Statt $\Omega \cdot cm/cm^2$ ist zu lesen $\Omega \cdot cm^2/cm$)

wegen der langandauernden Gasabgabe des Pulvers und überflüssig, weil die Konvektion keine Rolle mehr spielt. Man umgibt in diesem Falle die Heizwicklung lediglich mit ein bis drei Zylindern aus blankem Blech (Molybdän, Nickel, Aluminium), um die Strahlung zu verringern. Als Träger der Wicklung von kleinen

Vakuumöfchen (Atomstrahlversuche!) hat sich Speckstein[1]) sehr bewährt. In das weiche Material lassen sich leicht Löcher bohren und Gewinde für die (Platindraht-) Wicklung einschneiden. Es wird dann bei 1200° C gebrannt und gewinnt dadurch große mechanische Widerstandsfähigkeit.

2. Silitöfen

Temperaturen bis 1450° C kann man mit Öfen erzeugen, die als Heizelemente Silitstäbe[2]) verwenden. Da diese Ofentype im Laboratorium wenig gebräuchlich zu sein scheint, genüge hier die Angabe, daß ein Silitstab von 150 mm „Glühlänge" und 8 mm Durchmesser bei 1400° C etwa 26 Volt und 7,2 Amp. benötigt. Zum Betrieb ist also ein Niederspannungstransformator sehr angebracht.

3. Kurzschluß- oder Tammannöfen

So nennt man Öfen, bei denen die Joulesche Wärme in einem relativ kurzen und dickwandigen Kohle- oder Graphitrohr erzeugt wird. Hier ist also ein leistungsfähiger Niederspannungstransformator unbedingt erforderlich. Obwohl Kohle schon bei 500° C, Graphit bei 700° C durch Luftsauerstoff angegriffen wird und bei 2000° C merklich verdampft, kann man im Kohlerohrofen (in Luft) z. B. Wolfram schmelzen, also 3400° C einige Zeit aufrechterhalten. Die Rohre haben je nach der Beanspruchung eine Lebensdauer von einigen Tagen oder einigen Minuten. Aber sie sind billig und das Auswechseln bietet keine Schwierigkeiten. Die Zuführung der starken Ströme erfolgt durch Kohlescheiben, welche, mit einer zentralen Bohrung und radialen Schlitzen versehen, durch ein kräftiges Kupferband auf die Enden des Rohres geklemmt werden, oder durch ähnlich geformte, hohle, wassergekühlte Kupferbacken. Zur thermischen Isolation benutzt man meist Holzkohlekörner. Die Außenwand des Ofens muß einigermaßen gasdicht sein, damit die Holzkohle nicht verbrennt (alle Fugen werden mit Lehm verschmiert)[3]). Der Widerstand von Kohle und Graphit nimmt mit steigender Temperatur etwas ab (bei 2000° um 20 %). Er liegt bei Kohle zwischen 40 und 80, bei Graphit zwischen 7 und 12 $\Omega \cdot cm^2/cm$.

---

[1]) Bezugsquelle: Firmenverzeichnis Nr. 114.
[2]) Firmenverzeichnis Nr. 109.
[3]) Bezugsquelle für Tammannöfen: Firmenverzeichnis Nr. 97.

Arsem hat das Graphitrohr eines Ofens durch einen schraubenförmig geführten Schnitt in eine Spirale verwandelt, wodurch die Stromstärke sinkt und die Spannung sich erhöht, außerdem reicht die Elastizität der Spirale aus, die thermische Ausdehnung bei festliegenden Enden aufzunehmen. Helberger verwendet als Heizelement einen Kohletiegel, dem der Strom von oben und unten durch Kontaktkohlen zugeführt wird. Der Ofen ist direkt mit dem Transformator verbunden. Beim Schmelzen von Metallen in einem Kohlerohröfen stört unter Umständen die an Kohlenstoff reiche Atmosphäre, da viele geschmolzenen Metalle Kohlenstoff aufnehmen. Andererseits hat diese Atmosphäre kräftig reduzierende Eigenschaften.

Übliche Dimensionen für Kohlerohre sind: 20 bis 30 cm Länge, 3 bis 5 mm Wandstärke, etwa 20 mm lichte Weite. — Für den Aufbau der Öfen (Wärmeschutz) gilt das S. 190 Gesagte. Störend sind manchmal die schweren, unhandlichen Zuführungskabel, besonders wenn sie in einen evakuierten Rezipienten eingeführt werden müssen. Hier muß man auch die thermische Ausdehnung des kräftigen Rohres berücksichtigen.

A. S. King [1]) hat mit einem Vakuum-Kohlerohrofen seine berühmt gewordenen Versuche über die thermische Anregung von Spektren ausgeführt. Er erreichte 3200° C.

Nachdem es gelungen war, Rohre aus Wolfram herzustellen, hat man diese mit gutem Erfolg für Kurzschlußöfen verwendet. Verschiedene Konstruktionen, die bei der Osramgesellschaft ausgearbeitet wurden, hat W. Fehse beschrieben. Mit diesen Öfen ließen sich Temperaturen bis 3000° C erreichen.

Hier ist das „Heizrohr" nicht ein massiver Kohlezylinder, sondern eine Schicht aus gekörnter Kohle (erbsengroße Stückchen), deren Widerstand infolge der zahllosen Übergangsstellen bedeutend höher ist. Den Kohlegrieß kann man aus Abfällen von Bogenlampenkohlen herstellen, die man zerschlägt. Weil diese Öfen mit höheren Spannungen und kleineren Stromstärken wie die unter 3. beschriebenen arbeiten, benötigt man keinen Niederspannungstransformator. In Abb. 49 ist (schematisch) ein Querschnitt

[1]) King, A. S., Astrophys. Journ. 28, 300, 1908; Contributions from the Mount Wilson Observatory Nr. 28 und Nr. 66.

durch einen solchen Ofen gezeichnet. Der Strom fließt von der Elektrode *A* durch das Kohlegrieß zu der Elektrode *B*.
Mit Kryptolöfen lassen sich etwa 2000° C erreichen. Ihr Widerstand ist in kaltem Zustand wesentlich kleiner als bei hoher Temperatur (deshalb sind leistungsfähige Regulierwiderstände nötig) und hängt sehr von der mehr oder weniger dichten Packung des Kohlepulvers ab. Deshalb soll die Kohle nach jeder Glühung mit einem Draht aufgelockert werden [1]).

Abb. 49. Kohlegrießofen der Staatl. Porzellanmanufaktur

5. Einen Hochfrequenzofen

mit einem Graphittiegel von 40 cm³ Inhalt beschrieb Fischer [2]). Der Hochfrequenzstrom (100000 Hertz) wird von drei parallel geschalteten Telefunkenröhren (RS 15) in Verbindung mit einem Transformator für 10 kVA erzeugt. Ein Graphit-Vollzylinder von 20 mm Durchmesser konnte in wenigen Minuten auf 2300° C erhitzt werden. Gut leitende Metalle in einem Tiegel nehmen natürlich weniger (25 bis 30 %) dieser Leistung auf. — Heller [3]) berichtet über einen wesentlich größeren Ofen dieser Art, mit dem unter Verwendung der Philips-Röhre „TA 20/250" als Generator mit einer Schwingleistung von 250 kW in 15 Minuten 50 kg Chromeisen geschmolzen werden konnte.
Kleine Hochfrequenzgeräte zum Ausheizen von Entladungsröhren siehe S. 93.

6. Kathodenstrahlofen

Endlich möge ein von Gerdien und Riegger [4]) angegebener Kathodenstrahlofen erwähnt werden, bei dem das Schmelzgut

---

[1]) Bezugsquelle: Firmenverzeichnis Nr. 90.
[2]) Fischer, W., Elektrowärme **4**, 269, 1934.
[3]) Heller, G., Philips techn. Rundschau **1**, 53, 1936.
[4]) Gerdien, H. und Riegger, H., Wissensch. Veröff. a. d. Siemenskonzern **3**, 226, 1923.

durch den Aufprall von Kathodenstrahlen erhitzt wird. Diese werden durch Hochfrequenzstrom erzeugt, und zwar wirkt als Kathode die innere Oberfläche der Glaswand eines großen Kolbens (bis 50 cm Durchmesser), dessen Außenwand durch ein Bad von angesäuertem Wasser mit der Stromquelle verbunden ist. (Der Kolben steht mit dem Hals nach unten in einem Gefäß mit Wasser.) Die relativ kleine Anode befindet sich in der Mitte der Glaskugel. Gerdien verwendete Energien von 300 Watt bis zu 4 kW, Spannungen bis zu 30000 Volt und Stromstärken (in dem Kolben) bis zu 20 Amp. Der günstigste Druck war 0,01 mm Quecksilber. Es gelang mit dieser Apparatur, in 5 Sekunden ein 2 cm langes Stück eines Wolframbarrens von 6×6 mm^2 Querschnitt zu schmelzen.

Endlich sei hier auf die S. 199 beschriebenen Öfchen aus Nernststift-Masse hingewiesen.

Gasöfen, bei denen die Verbrennung des Gemisches von Leuchtgas und Preßluft in einer porösen, hochfeuerfesten Schicht erfolgt, baut die Staatl. Porzellanmanufaktur [1]). Man kann mit denselben nach 15 Minuten 1500° C, maximal 1700° C erreichen.

---

[1]) Firmenverzeichnis Nr. 90.

XII. Verschiedenes

1. Regulierung der Tourenzahl von kleinen Hauptschluß-motoren

In der Regel ändert man die Tourenzahl der kleinen Laboratoriumsmotoren durch einen großen Vorschaltwiderstand. Es zeigt sich aber, daß der Motor dabei (wenn er schwach belastet ist) kaum langsamer läuft und, wenn der Widerstand noch mehr vergrößert wird, leicht stehen bleibt. Bei dieser Schaltung kommt eben der langsamere Gang nur durch Schwächung des Erregerfeldes und damit des mechanischen Drehmomentes zustande. Barkhausen[1]) gab die in Abb. 50 gezeichnete Schaltung an, bei der die Erregung *E* dauernd mindestens den Strom erhält, der durch den Widerstand *W* und die Erregung in Hintereinanderschaltung fließt. Bei einer kleinen Abbremsung der Tourenzahl steigt der Ankerstrom und damit das Drehmoment stark an. Die günstigste Größe von *W* ist Netzspannung: Stromstärke des Motors bei Volllast. Barkhausen regulierte einen $^1/_6$-PS-Motor mittels eines Schiebewiderstandes von 275 Ω von 3200 bis 100 Touren pro Minute, einen $^1/_{16}$-PS-Motor durch einen Widerstand von 960 Ω (berechnet: 550 Ω) in etwa denselben Grenzen. Die Tourenzahl war dabei nahe proportional dem dem Anker *A* parallel geschalteten Widerstand.

Abb. 50.
Schaltung von Kleinmotoren

Motoren für Drehstrom von 500 Hz, die für Drehzahlen von 160 bis 500 *U*/sec (!) gebaut sind, mit Nutzleistungen von 0,5 bis 30 PS liefert die Aerodynamische Versuchsanstalt Göttingen E. V., Göttingen, Bunsenstr. 10.

2. Bei hydrodynamischen Versuchen

kann man einen „Stromfäden" in folgender Weise sichtbar machen: Man schmilzt ein kleines Stückchen Tellur am Ende eines Leitungsdrahtes fest, verwendet dieses als Kathode, einen beliebigen Draht als Anode, als Elektrolyten Leitungswasser oder eine Mischung aus Leitungs- und destilliertem Wasser. Spannungsquelle:

---

[1]) Barkhausen, H., Phys. ZS. **13**, 1131, 1912.

110 Volt mit Vorwiderstand. Beim Stromschluß gehen von den Tellurstücken dichte Wolken von braunem, kolloidalem Tellur aus.

Zu demselben Zweck bringt man nach Sadron [1]) bei aerodynamischen Versuchen in eine Glaskapillare etwas Siliciumtetrachlorid, eine farblose Flüssigkeit, die an der Luft weiße Dämpfe ausstößt.

Für größere Volumina dürfte ein Vorschlag von Schmieschek [2]) zweckmäßiger sein: Man verdampft das als „Meta-Brennstoff" käufliche Acetaldehyd an einem rotglühenden Lötkolben unter dem kalten Luftstrom eines Fönapparates. Die aus der Gasphase auskristallisierenden, leichten Flocken geben (bei einer „Momentaufnahme") Richtung und Geschwindigkeit der Strömung an.

3. Silber-Quecksilberjodid

ist unter 45° C gelb, darüber hellrot. Man kann das gelbe Pulver mit Zaponlack verrühren und z. B. das Lager einer Welle damit anstreichen. Der Farbumschlag des Anstriches ist so präzise, daß man sofort sieht, ob der betreffende Apparateteil kalt oder warm ist. Nach Rebenstorff [3]) stellt man das Präparat folgendermaßen her: A. 15 g Quecksilberjodid und 11 g Jodkalium werden in etwas Wasser gelöst und auf 100 cm³ verdünnt. B. 11,25 g Silbernitrat löst man in 50 bis 100 cm³ Wasser. Lösung B wird unter Schütteln langsam in A gegossen. Es bildet sich ein dicker Niederschlag. Man gießt Wasser zu, dekantiert dreimal, filtriert die Flüssigkeit ab und trocknet den Niederschlag an der Luft. — Die rote Farbe von Kupfer-Quecksilberjodid schlägt bei 70° C in schokoladebraun um.

Penzig [4]) beschrieb Farbanstriche (17 Farben, Bezeichnung „Thermocolor"), die bei verschiedenen Temperaturen zwischen 30 und 275° C je einen scharfen, bei Abkühlung bleibenden Farbumschlag zeigen.

30

4. Verschiedene Methoden zur Herstellung von Nernst-Stiften

beschreibt Tingwaldt [5]). Am einfachsten geht man von den Zirkonoxydröhrchen der Deutschen Gold- und Silberscheide-

---

[1]) Sadron, Ch., C. R. **195**, 647, 1932.
[2]) Schmieschek, U., ZS. f. techn. Phys. **17**, 98, 1936.
[3]) Rebenstorff, H., ZS. f. phys.-chem. Unterricht **15**, 145, 1902.
[4]) Penzig, F., ZS. d. VDI **83**, 69, 1939.
[5]) Tingwaldt, C., Phys. ZS. **36**, 627, 1935; auch Ebert, H. und Tingwaldt, C., ebenda **37**, 471. 1936.

anstalt[1]) aus (Außendurchmesser 2 mm, Wandstärke 0,4 mm), die wiederholt in einer wässerigen Yttriumnitratlösung ausgekocht und dazwischen vorsichtig erhitzt und geglüht werden, bis ihr Gewicht um 5 bis 15 % zugenommen hat. Einzelheiten, wie das Anbringen der Elektroden, die Herstellung von kleinen Öfen (11 mm Rohrdurchmesser) bis 2300° C sind in der Arbeit von Tingwaldt genau beschrieben.

Eine Bezugsquelle für Nernstbrenner ist die Glasco-Lampen-Ges. m. b. H., Berlin S 59, Kottbuser Damm 74. (Ein Brenner, 95 Volt, 1 Amp., kostet etwa 14 *RM*.)

5. Galvanische Metallüberzüge

Da der Verfasser auf diesem Gebiet nicht über größere eigene Erfahrung verfügt, verweist er auf das Lehrbuch von Krause[2]) sowie auf folgende neuere Arbeiten: Haas und Pöttgen[3]) über das Galvanisieren von Duralaminium; Pfannhauser[4]) und Blum[5]) über Verchromung; Barnard[6]) über Verkupferung; Grube und Kesting[7]) über Rhodiumüberzüge; Isgarischew und Prede[8]) über Tantalniederschläge; Pollack[9]) Überzüge von Nickel, Chrom und Cadmium.

Sehr bemerkenswert scheint mir eine Veröffentlichung von Becker[10]) und seinen Mitarbeitern: Ein Gasstrom von Wasserstoff und Chlorwasserstoff strömt bei 950° C über Chrom. Es bildet sich gasförmiges Chromchlorid, das über eiserne Gegenstände geleitet wird (950° C). Es findet nun ein Austausch zwischen den Eisen- und den Chromatomen statt, das Eisen legiert sich an der Oberfläche (25 % Cr), wird unlöslich in HNO_3 usw.

---

[1]) Firmenverzeichnis Nr. 32.

[2]) Krause, H., „Galvanotechnik“, 5. Aufl., Leipzig, Jänecke, 1928.

[3]) Haas, M. und Pöttgen, O., ZS. f. Metallkde. **19**, 448, 1927.

[4]) Pfannhauser, W., Chemikerztg. **51**, 605, 1927.

[5]) Blum, W., Journ. Franklin Inst. **213**, 17, 1932.

[6]) Barnard, R. D., Science **66**, 330, 1927.

[7]) Grube, G. und Kesting, E., ZS. f. Elektrochem. **39**, 948, 1933.

[8]) Isgarischew, N. und Prede, A. F., ZS. f. Elektrochem. **40**, 295, 1934.

[9]) Pollack, A., Chemikerztg. **58**, 997, 1934.

[10]) Becker, G., Hertel, E. und Kaster, C., ZS. f. phys. Chem. (B) **177**, 213, 1936.

6. Neun verschiedene Methoden zur erschütterungsfreien Aufstellung von Meßinstrumenten

werden (mit Literaturangaben) in der Abhandlung von Gehrcke und Voigt [1]) diskutiert, darunter die von Leybold erhältliche Anordnung von Müller [2]).

7. Einen neuen Thermostaten

beschreibt Roebuck [3]), einen Kryostaten, der eine zwischen 0 und — 170° vorgegebene Temperatur bis auf 0,001° konstant hält, Scott und Brickwedde [4]). Um die Temperatur eines Thermostaten aufrechtzuerhalten, verwendeten O. H. A. Schmitt und F. O. Schmitt [5]) eine Thyratron-Schaltung, mit der 1,6 kW durch $8 \cdot 10^{-5}$ Amp. ohne mechanisches Relais gesteuert wurden. — Fischer [6]) betätigte einen Quecksilber-Schaltschütz für 1,5 kW durch die Telefunkenröhre RE 604. Deren Steuerung erforderte einen Kontaktstrom von nur 10^{-6} Amp.

8. Kupferoxydul-Photozellen sind geeignet für Intensitätsmessungen von weichen Röntgenstrahlen [7]). — Selen-Photoelemente werden im Vakuum nach einigen Stunden unempfindlich gegen Licht, wenn sie nicht schellackiert sind [8]).

9. Die Technik der Herstellung von Kerrzellen

behandelt White [9]). Besonders wichtig ist dabei die Reinigung des Nitrobenzols: Nach der Entfernung von Säurespuren wird es getrocknet, dann fraktioniert, destilliert und zuletzt ausgefroren, wodurch die Leitfähigkeit auf $^1/_{20}$ abnimmt.

10. Als Ersatz für Platinelektroden

empfiehlt Roth [10]) bromierte Feinsilberelektroden, die sich bei elektrochemischen Versuchen gut bewähren, besonders, wenn man die Bromsilberschicht noch (elektrolytisch) mit Platinschwarz überzieht. Die Schicht erzeugt man durch Einwirkung von Bromdampf auf Silber.

---

1) Gehrcke, E. und Voigt, B., ZS. f. techn. Phys. 12, 684, 1931.
2) Müller, R., ZS. f. Instrkde. 51, 95, 1931.
3) Roebuck, J. R., Rev. Scient. Instr. 3, 93, 1932.
4) Scott, R. B. und Brickwedde, F. G., Bur. of Stand. Journ. of Res. 6, 401, 1931.
5) Schmitt, Otto H. A. und Schmitt, Francis O., Rev. Scient. Instr. 3, 467, 1932.
6) Fischer, K. H., ZS. f. Instrkde. 57, 167, 1937.
7) Felsinger, H., Ann. d. Phys. 29, 81, 1937.
8) Freivert, S., Techn. Phys. USSR 3, 266, 1936.
9) White, H. J., Rev. Scient. Instr. 6, 22, 1935.
10) Roth, W. A., ZS. f. Elektrochem. 33, 508, 1927.

Bezugsquellenverzeichnis

(vgl. dazu Vorwort zur 3. Auflage, S. IV)

1. I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, *Agfa*, Berlin SO 36, Lohmühlenstraße 65—67. (Photogr. Erzeugnisse.)

2. I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, *Agfa*, Wolfen, Kreis Bitterfeld, Filmfabrik. (Platten und Filme für wissenschaftliche Photographie.)

3. *Allgemeine Elektrizitäts-Gesellschaft*, Berlin NW 40, Friedrich-Karl-Ufer 24.

4. *Alfol-Dyckerhoff*, G. m. b. H., Hannover, Königstraße 31. (Wärmeschutz durch Aluminiumfolie.)

5. *Vereinigte Aluminium-Werke* A.-G. (Lautawerk), Berlin W 8, Friedrichstraße 169/170.

6. *Akkumulatorenfabrik* A.-G., Berlin SW 11, Askanischer Platz 3. („Varta.")

7. Deutsche *Auer-Gesellschaft* m. b. H., Berlin O 17, Rotherstraße 16 bis 19.

8. *Aurophan-Hermetos*, Isolierflaschenfabrik, Ilmenau (Thüringen). (Verkupferte Vakuummantelgefäße.)

9. *Bakelite*-Gesellschaft m. b. H. Erkner bei Berlin, Flakenstraße 28—31.

10. Eiswerke *Berner*, Stuttgart, Römerstraße 32 (Trockeneis).

11. Preußische Bergwerks- und Hütten-A.-G., Zweigniederlassung *Bernsteinwerke*, Königsberg i. Pr., Königsberg 1, Schließfach 254. (Preßbernstein.)

12. *Bornkessel* Brenner- und Glasmaschinen-Gesellschaft m. b. H., Berlin SW 11, Saarlandstraße 103.

13. *R. Burger & Co.*, Berlin-Pankow, Wilhelm-Kuhr-Straße 3. (Vakuummantelgefäße.)

14. Optische Industrie *Emil Busch* A.-G., Rathenow bei Berlin.

15. *Cellon-Werke*, Berlin-Charlottenburg 1, Tegeler Weg 28—33. (Cellulose-Lacke.)

16. *Chininfabrik Buchler & Co.*, Braunschweig. (Phosphoreszierende Sidotblende.)

17. *Max Cochius*, Berlin SW 68, Alexandrinen-Straße 35. (Messing- und Magnesiumfabrikate.)

18. *C. Conradty*, Nürnberg 2. (Kohle- und Graphitstäbe und -rohre.)

D

19. *Delta*, Papier und Filter-G. m. b. H., Düren (Rheinland).
20. *C. Desaga*, Fabrik chemischer Instrumente, Heidelberg.
21. *Dralowid*-Werk, Berlin-Teltow. (Hochohmwiderstände.)

E

22. *M. Th. Edelmann & Sohn*, München 2 NW, Nymphenburger Straße 82. (Physikal. Instrumente; Quarzfäden.)
23. Deutsche *Edelstahlwerke* A.-G., Abt. Metallkeramik, Berlin SO 16, Köpenicker Straße 113. (Wolfram, Molybdän, „Elmet", Getter u. a.)
24. Deutsche *Edelstahlwerke* A.-G., Krefeld. (Titanit.)
25. *Elektrocell* G. m. b. H., Berlin-Steglitz, Schildhorn-Straße 72. (Photozellen.)
26. I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft *Elektron*-Süd, Abteilung Elektronmetall; Bitterfeld (Bezirk Halle a. d. Saale).

27. *Felten & Guilleaume*, Carlswerk, A.-G., Köln-Mülheim. (Elektr. Kabel.)
28. *R. Fuess*, Berlin-Steglitz, Düntherstraße 8. (Optische Apparate.)

29. *J. Gautsch*, Wachswarenfabrik, A.-G., München 2 NW, Nymphenburger Straße 3. (Klebwachs.)
30. Deutsche *Gelatinefabriken* Schweinfurt. (Photographische Gelatine.)
31. *Robert Goetze*, Glasinstrumentenfabrik, Leipzig, Nürnberger Straße 56. (Geißler-Röhren.)
32. Deutsche *Gold- und Silberscheideanstalt*, Frankfurt a. M., Weißfrauenstraße 5—11. (Keramische Erzeugnisse; Glanzgold.)
33. *P. Gossen & Co.*, Erlangen. („Mavometer"; Belichtungsmesser „Sixtus".)
34. *Grashey & Poujarniscle*, Korkfabrik, München 2 NW, Mars-Straße 15.
35. *Große & Bredt*, Lackfabrik, Berlin SW 68, Alexandrinen-Str. 119 bis 120.
36. *Grünzweig & Hartmann*, G. m. b. H., Ludwigshafen am Rhein. („Diatomit-Schalen".)
37. *Emil Gundelach*, Glashütte, Gehlberg in Thüringen.

38. Porzellanmanufaktur *W. Haldenwanger*, Berlin-Spandau, Heer-Straße. („Pythagoras-Masse"; „Alsint".)
39. *Bernhard Halle* Nachf., Optische Werkstätten, Berlin-Steglitz, Hubertusstraße 11.
40. *Hanff & Buest*, Berlin N 4, Chaussee-Straße 117. (Vakuumpumpen, Hähne, Vakuummantel-Gefäße.)

41. *Hartmann & Braun,* A.-G., Frankfurt am Main-West 13, König-Straße 97. (Elektr. Instrumente, Wollaston- und Haardrähte.)
42. *W. C. Heraeus,* G. m. b. H., Platinschmelze, Hanau am Main. (Edelmetalle, Thermoelement-Drähte.)
43. *Heraeus,* Quarzglas-Ges. m. b. H., Hanau am Main, Schließfach 91.
44. *Heraeus,* Vakuumschmelze A.-G., Hanau am Main.
45. *Hermsdorf-Schomburg,* Isolatoren-Ges., Hermsdorf (Thüringen). (Porzellan-Isolatoren; Keramische Massen.)
46. *Gebr. Herrmann,* Köln-Bayental, Cäser-Straße 6. („Silicagel".)
47. *Hermetos* siehe Aurophan-Hermetos, Nr. 8.
48. *Adam Hilger,* Ltd. 98 Kings Road, Camden Road, London NW 1. (Optische Instrumente.)
49. *Hochfrequenz-Tiegelstahl* G. m. b. H., Bochum. (Magnete.)
50. *Hans Honert,* Berlin C 2, Dirksenstraße 2. (Prismen, Linsen.)

51. *Jaroslaws* erste Glimmerfabrik, Berlin SO 36, Reichenberger Straße 79—80. (Glimmerfabrikate, Kondensatoren.)
52. *Infram* G. m. b. H., Leipzig C 1, Glocken-Straße 11. (Photozellen.)

53. *Kahlbaum* (Chemikalien) siehe Schering-Kahlbaum, Nr. 100.
54. *Kipp & Zoonen,* Delft (Holland), Vertretung für Deutschland: Leybolds Nachf., Nr. 66.
55. *Körting & Mathiesen,* Leipzig-Leutsch. (Bogenlampen.)
56. *Max Kohl,* A.-G., Chemnitz, Adorfer Straße 20. (Physikal. Apparate.)
57. Dr. *W. Koosmann & C. A. Malchin,* Greifswald (Pommern), Dom-Straße 28. (Hochohmwiderstände nach Krüger.)

31

58. *Georg Kremp* Söhne, Wetzlar, Postfach 34. (Spezialfabrik für Verzahnungen.)
59. *A. Krüß,* Optisch-mechan. Werkstätten, Hamburg, Gertigstr. 31.
60. *Friedrich Krupp* A.-G., Gußstahlfabrik, Essen. (Nickelstahl „Indilatans".)
61. *C. Kuhbier & Sohn,* Stahl- und Eisenwalzwerke, Dahlerbrück in Westfalen. (Transformatorbleche, „Indilatans".)

62. Dr. *B. Lange,* Berlin-Dahlem, Gary-Straße 45—47. (Photo-Elemente.)
63. Vereinigte *Leichtmetallwerke,* G. m. b. H., Hannover-Linden, Postfach 53.
64. Dr. *Karl Leiss,* Berlin-Steglitz, Feuerbachstraße 26. (Optische Instrumente.)
65. *Ernst Leitz,* G. m. b. H., Wetzlar. (Optische Instrumente.)
66. *E. Leybolds* Nachfolger, A.-G., Köln-Bayental, Bonner Str. 504.
67. *Lifa,* Lichtfilterfabrik, Augsburg.

68. *J. G. R. Lilliendahl*, Siegellack-Fabrik, Neudietendorf (Thür.).
69. Gesellschaft für *Lindes* Eismaschinen A.-G., Höllriegelskreuth bei München. (Edelgase.)
70. *C. Lorenz* A.-G., Berlin-Tempelhof, Lorenzweg 1.
71. *Lurgi*, Ges. f. Wärmetechnik, Frankfurt a. M., Gervinus-Str. 17 bis 19. (Getriebe.)

M

72. *Bruno Mädler*, Berlin SO 16, Köpenicker Straße 64. (Übersetzungsgetriebe.)
73. *Marelli-Motoren* A.-G., Berlin SW 68, Alexandrinen-Straße 137.
74. *Meirowsky & Co.*, A.-G., Porz a. Rhein. (Isolationspapiere.)
75. *E. Merck*, Chemische Fabrik, Darmstadt. (Chemikalien.)
76. *Metallpapier*-Bronzefarben-Blattmetallwerke A.-G., München 12, Elsenheimer Straße 31.
77. *J. G. Möller* G. m. b. H., Wedel in Holstein bei Hamburg. (Spiegel, Optik.)
78. *C. H. F. Müller*, Röntgenröhrenfabrik, Hamburg 15, Hammerbrook-Str. 93.
79. *Monette Asbestdraht* G. m. b. H., Berlin-Stralau, Alt-Stralau 4. (Hochohm-Widerstandskordel.)

N

80. *New-York-Hamburger Gummiwaren*-Compagnie, Hamburg 33, Hufnerstraße 30. (Piceïn.)
81. Vereinigte Deutsche *Nickelwerke* A.-G., Schwerte in Westfalen.

O

82. *Osram*, G. m. b. H., Berlin O 17, Ehrenberg-Straße 11--12 und Berlin NW 87, Sickinger Straße 71.

83. *Pala-Photowerk*, Heilbronn a. Neckar. (Registrierpapiere.)
84. *Otto Perutz*, G. m. b. H., Trockenplattenfabrik München 2 NW, Dachauer Straße 50.
85. *Arthur Pfeiffer*, Fabrik physikal. Apparate, Wetzlar 10.
86. Deutsche *Philips Ges.* m. b. H., Berlin 62, Kurfürstenstraße 126.
87. *Phönix* Röntgenröhrenfabriken A.-G., Rudolstadt in Thüringen.
88. Physikalische Werkstätten A.-G. (*Phywe*), Göttingen, Schließfach 174.
89. *Julius Pintsch*, K.-G., Berlin O 17, Andreasstraße 71—73. (Einkristalldrähte aus Wolfram.)
90. Staatliche *Porzellanmanufaktur*, Berlin NW 87, Wegely-Straße 1. (Keramische Massen. Laboratoriumsöfen.)
91. *L. Preisinger*, München 2, Sendlinger Straße 52. (Bandmaße, Längenteilungen, Wasserwaagen.)
92. *Otto Pressler*, Leipzig C 1, Glockenstraße 11. (Vakuumröhren, Photozellen.)

93. Deutsche *Quarzschmelze* Albert Hopf, Berlin-Staaken.

94. *H. Remy,* Tiegelstahlwerk, Hagen in Westfalen. (Magnete.)
95. *J. D. Riedel-E. de Haën,* Berlin-Britz, Riedelstraße 1. (Leuchtfarben.)
96. Dr. *Leop. Rostosky,* Metallochemische Fabrik, Berlin NW 87, Kaiserin-Augusta-Allee 4. (Aluminiumlote.)
97. Gebr. *Ruhstrat* A.-G., Göttingen, Postschließfach 1. (Schieberwiderstände, Tammann-Öfen.)

S

98. *Sartorius*-Werke, Göttingen. (Waagen.)

32

99. *Schäffer & Budenberg,* G. m. b. H., Magdeburg-Buckau. (Manometer.)
100. *R. Schering,* Berlin N 4, Chaussee-Straße 24. (Chemikalien.)
101. *Carl Schleicher & Schüll,* Düren im Rheinland. (Koordinatenpapiere, Filtrierpapiere.)
102. *Franz Schmidt & Haensch,* Optisch-mechan. Werkstätte, Berlin S 42, Prinzessinnen-Straße 16.
103. *C. Schniewindt,* G. m. b. H., Neuenrade in Westfalen. (Widerstandsgitter.)
104. *Schott & Genossen,* Glaswerk, Jena. (Optische und Geräteglaser, Präzisionsglasrohre, Farbfilter, Christiansenfilter.)
105. *Schwertfeger & Lenk,* G. m. b. H., Berlin SO 36, Oranien-Straße 183. (Elektromotoren.)
106. Platinschmelze *G. Siebert,* Hanau am Main. (Platingeräte, Thermoelemente aus Rheniumlegierungen u. a.)
107. Dr. *Siebert & Kühn,* G. m. b. H., Kassel, Hermann-Straße 3. (Thermometer.)
108. *Siemens & Halske* A.-G., Berlin-Siemensstadt, Wernerwerk.
109. *Siemens-Plania*-Werke, A.-G. für Kohlefabrikate, Berlin-Lichtenberg, Herzberg-Straße 128—139. (Kohle- und Graphitstäbe und -rohre, Bogenlampenkohlen, Silitstäbe.)
110. *Siemens-Schuckertwerke,* Berlin-Siemensstadt.
111. *Siemens-Reiniger* G. m. b. H., Erlangen. (Röntgenapparate.)
112. *Spindler & Hoyer,* G. m. b. H., Mechan.-Optische Werkstätten, Göttingen.
113. *Stabilovolt* G. m. b. H., Berlin SW 68, Wilhelm-Straße 130.
114. *Steatit Magnesia* A.-G., Berlin-Pankow, Pestalozzistraße 8. (Keramische Massen, Speckstein.)
115. Dr. *Steeg & Reuter,* G. m. b. H., Bad Homburg v. d. H., Postschließfach 44. (Kristalloptik.)
116. *C. A. Steinheil* Söhne, G. m. b. H., Optisch-Astronom. Werkstätte, München 8, St. Martin-Straße 76.
117. *Südd. Apparate-Fabrik* G. m. b. H., Nürnberg 2, Schließfach 282. (Selen-Photoelemente.)

118. *Telefunken* G. m. b. H., Berlin SW 11, Hallesches Ufer 30.
119. Dipl.-Ing. *Max Tirocke*, Berlin NW 87, Siegmundshof 1. („Homamasse“ für elektr. Öfen.)
120. *Max Tischer & Co.*, Ilmenau in Thüringen, Postschließfach 156. (Thermometer.)

U

121. *Wilhelm Ulbrich*, Quarzschmelze, Jena.

V

122. *C. J. Vogel*, Draht- und Kabelwerk A.-G., Berlin-Köpenick (Isolierte Leitungsdrähte.)
123. *Voigt & Haeffner*, A.-G., Frankfurt am Main. (Elektr. Schalter.)

W

124. Deutsche *Waffen- und Munitionsfabriken* A.-G., Karlsruhe.
125. *Wego-Werke*, Freiburg im Breisgau. (Widerstandskordeln.)
126. *Wilhelm Weule*, Goslar a. H., Postfach 30. (Bogenlampen.)
127. *H. Wetzer*, Telegraphen-Fabrik, Pfronten in Bayern. (Relais, Taster.)
128. *Otto Will*, Lichtfilterfabrik, München 38, Mechthilden-Straße 37.
129. *Chr. F. Winter* Sohn, Leipzig C 1, Schillerstraße 5. (Gelatinefolien.)

Z

130. *Carl Zeiss*, Jena, Zeisswerk.
131. *Zeiss-Ikon* A.-G., Dresden A 21, Schandauer Straße 76.

Weitere Firmen-Anschriften im Handbuch der Meßinstrumente. Bd. I und II, Berlin-Halensee 1933 (Atlasverlag).

Register

Die kursiv gedruckten, eingeklammerten Zahlen bezeichnen die Nummern der betr. Firmen im Bezugsquellenverzeichnis S. 201 bis 206.

Nachträge

1 (S. 7.) Wissenswertes über das wenig bekannte Element Gallium, das einen abnorm niedrigen Schmelzpunkt, aber einen relativ hohen Siedepunkt hat, findet sich in der Monographie von E. Einecke, „Das Gallium". Leipzig, Voss, 1937.

2 (S. 10.) Auf dem unreinen Hg entsteht zunächst ein grauer Schlamm. Die Reinigung muß fortgesetzt werden, bis sich dieser zu schwarzem Pulver umgebildet hat.

3 (S. 11.) Nach A. Dobrowsky (Chem.-Ztg. **64**, 32, 1940) empfiehlt sich noch mehr die Oxydation der Verunreinigungen durch Kaliumpermanganatlösung.

4 (S. 21.) Vgl. B. Jonas und H. J. Meerkamp van Embden, Philips Techn. Rundschau **6**, Heft 1, 1941. Bei „Alkonit" geht das $(\mathfrak{B} \cdot \mathfrak{H})_{max}$ auf $5{,}2 \cdot 10^6$ Gauß-Örsted, die Remanenz auf 12000 Gauß. — Ferner den Bericht von K. Sixtus im A. T. M. **49**, 1941.

5 (S. 21.) Näheres bei K. Meier, Z. VDI. **83**, 1094, 1939. Referat: Z. f. Feinmechanik u. Präzision **48**, 18, 1940.

6 (S. 23 und 54.) Gute Charakterisierung der keramischen Massen sowie die Technik vakuumdichter Keramik-Metallverbindungen bei H. Vatter, A. T. M. AV, 12d, 1942.

7 (S. 25.) Über maschinelle Herstellung von Quarzrohren siehe den Aufsatz von W. Hänlein, Z. f. techn. Phys. **21**, 97, 1940.

8 (S. 29.) Der Druckschrift der Firma Röhm & Haas A.-G. entnimmt man folgende Angaben: Brechzahl $n = 1{,}49$, $\nu = 54\ldots56$. Lichtdurchlässigkeit bei 3850 Å noch 90%. — Schlagbiegefestigkeit das Siebenfache von der des Silikatglases. — Beständig gegen Laugen und gegen Benzin, unbeständig gegen konzentrierte Säuren, gegen Äther, Benzol, Chloroform, Xylol, Toluol. — Thermischer Ausdehnungskoeffizient $130 \cdot 10^{-6}$; Wärmefestigkeit nach Martens $+ 62^0$ C, nach Vicat $+ 100^0$ C; Verformungstemperatur etwa 140^0 C. — Durchschlagfestigkeit bei 3 mm 40 kV, innerer Widerstand $> 10^{12}\ \Omega/cm^3$.

9 (S. 32.) Vgl. den inhaltreichen Aufsatz von E. Lüder im A. T. M. B I 4a, 1942.

10 (S. 38.) Die in Abb. 10 gezeigte Anlage wurde vor etwa 7 Jahren gebaut. Seitdem ist das „Punkten" bekanntlich allgemein üblich geworden. Meist werden die Stromstöße durch Röhrensteuerungen sorgfältig dosiert. Siehe z. B. R. Reutebuch, Z. f. Feinmechanik u. Präzision **48**, 235, 1940; A.T.M. B I 5d, 1942.

11 (S. 38.) Vgl. K. Micksch, „Taschenbuch der Kitte und Klebstoffe". 2. Aufl. 1941.

12 (S. 45.) Die Mitteldeutschen Gipswerke G. m. b. H., Verkaufsstelle Nordhausen am Harz, stellen unter der Bezeichnung „Hebör Isolatorenkittpulver" (Marke R oder besser Marke B) zwei Erzeugnisse her, die, mit Wasser angerührt, als Ersatz für Glycerin-Bleiglätte Kitt dienen. Die gipsähnliche Masse hat größere Bruchfestigkeit wie Glycerin-Bleiglättekitt.

13 (S. 52.) Über die Eigenschaften verschiedener Einschmelzgläser unterrichtet eine aufschlußreiche Druckschrift des Glaswerkes Gustav Fischer, Ilmenau in Thüringen.

14 (S. 60.) Rückflächen- oder Oberflächenverspiegelungen, auch durchlässige, in Silber, Gold und Platin liefert die Firma Richard Weydener, Berlin SO 16, Köpenicker Str. 74.

15 (S. 75). Einen guten Überblick über die neuere Literatur betr. Hochvakuumtechnik gibt der Beitrag von H. Ebert in „Die Physik in regelmäßigen Berichten" 8, 11—16, 1940.

16 (S. 82.) Die Verwendung von Kugelschliffen behandeln Rubens und Henderson, Rev. Sci. Instr. **10**, 49, 1939. Referat in Feinmechanik und Präzision **48**, 12, 1940.

17 (S. 103.) Wenn die Kohle bei ihrer Herstellung aus dem Tiegel Eisen aufgenommen hatte, detoniert sie in Verbindung mit flüssigem Sauerstoff spontan, weil das fein verteilte Eisen pyrophor ist. (Nach freundlicher privater Mitteilung von Herrn Reg.-Rat Dr. Steiner, Physikal.-Techn. Reichsanstalt.)

18 (S. 105.) Statt Druckluft verwendet man besser Wasserstoff, der schneller durch den Sprung hindurchdiffundiert und deshalb wesentlich größere Seifenblasen bildet. (Nach freundlicher privater Mitteilung von Herrn Reg.-Rat Dr. Steiner.)

19 (S. 115/116.) Um die Verwendung der von Lauch und Ruppert benutzten dicken und immerhin kostspieligen Steinsalzplatte zu umgehen, dampft E. Fenner (Z. f. techn. Phys. **20**, 295, 1939) auf eine Glasplatte eine dünne NaCl Schicht im Vakuum auf und erzeugt durch Kathodenzerstäubung auf dieser die Folie (Gold, Platin). Beim Baden der Platte in Wasser löst sich die NaCl-Schicht auf und das Häutchen schwimmt ab.

20 (S. 139.) Die Krüger-Widerstände werden nicht mehr von Koosmann & Malchin, sondern von Dr. F. Klauer, Berlin-Charlottenburg, Nordhauser Str. 35 hergestellt.

21 (S. 141, zu e und f.) Vgl. R. Jaeger, Elektrometrische Messung von Ionisierungsströmen, A. T. M. V 3211—1, 1942.

22 (S. 149.) Neue Literatur findet sich in der Arbeit von F. Kerkhof, A. T. M. J 2404—1 (Oktober 1940).

23 (S. 155.) Die „Wissenschaftl. Photographie“ des Verfassers wird Anfang 1943 in 3. Auflage erscheinen.

24 (S. 164.) Der Verfasser erhielt bei gelegentlichen Versuchen mit dieser Vorschrift nicht den erhofften Gewinn an Empfindlichkeit.

25 (S. 176.) Vgl. F. Rößler, Z. f. techn. Phys. **20**, 290, 1939.

26 (S. 177.) Eine Verbesserung des Dreslerschen Filters gab J. Rieck (Z. f. techn. Phys. **21**, 184, 1940) an. Das neue Filter wird unter der Bezeichnung Filterphotronelement, Type 25, F 4 von der Firma Ed. Zierold, Berlin-Schöneberg, Belziger Str. 25 hergestellt.

27 (S. 179.) H. Theissig und M. Goebert stellten neuerdings (Z. f. techn. Phys. **21**, 149, 1940) mittels eines eleganten Kunstgriffes Graufilter her, deren Absorption zwischen 3000 Å und 2,3 μ praktisch konstant ist (Schwankung $< 1\%$). Sie kombinieren dazu eine Schicht (z. B. Platin), deren Absorption nach den kurzen Wellenlängen hin abnimmt, mit einer zweiten (z. B. Ruß) mit gegenläufigem Absorptionsverlauf.

28 (S. 180.) Einige neue Arbeiten über das Reflexionsvermögen von Metallen: H. C. Burger und J. B. van Milaan untersuchten die Abnahme der Reflexion von **Antimon**spiegeln mit der Zeit im Wellenlängenbereich 0,45 bis 2,4 μ (Physica **6**, 435, 1939). **Rhodium:** 1 bis 9 μ: W. W. Coblentz und R. Stair, Bull. Bur.

Stand. **22**, 93, 1939; vgl. auch M. Auwärter, Z. f. techn. Phys. **18**, 69, 1937. — **Aluminium:** 0,5 bis 9 μ: W. Walkenhorst, ebenda **22**, 14, 1941. (Minimum mit 85% bei 7500 Å. — Bei 9 μ $R = 97\%$.)

29 (S. 183.) Vgl. N. Riehl (Auer-Ges. Berlin), „Physik und technische Anwendungen der Lumineszenz", 3. Bd. der „Techn. Physik in Einzeldarstellungen", herausgegeben von W. Meißner u. a., 1940.

30 (S. 198.) Es gibt Thermocolorfarben, die bis zu 4 Umschlägen (z. B. bei 65, 145, 175 und 340° C) zeigen, ferner „Thermochromstifte" von A. W. Faber, Stein bei Nürnberg. (Nach A. Hoch, Feinmechanik und Präzision **49**, 32, 1941.)

31 (S. 203.) Vgl. Ziffer 20.

32 (S. 205.) Albert Sass, Berlin-Steglitz, Filandastr. 32. (Feine Linear- und Kreisteilungen hoher Präzision.)

Es sei hier auf das für den konstruierenden Physiker sehr lesenswerte Werk von Richter und R. v. Voss, „Bauelemente der Feinmechanik", 2. Aufl., VDI.-Verlag, Berlin, 1938, hingewiesen.

Ferner auf das Buch von J. Strong, „Procedures in experimental physics", New York 1938 (X, 624 S.).